

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais-
PPGEM

QUALIFICAÇÃO DE UM AISI 304 EM DIFERENTES CONDIÇÕES
MICROESTRUTURAIS POR TESTES DE RESISTÊNCIA EM
TEMPERATURAS ELEVADAS

PAULO HENRIQUE SANCHEZ CARDOSO

Dissertação para obtenção do título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
1996

ESCOLA DE ENGENHARIA
BIBLIOTECA

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais-
PPGEM

QUALIFICAÇÃO DE UM AISI 304 EM DIFERENTES CONDIÇÕES
MICROESTRUTURAIS POR TESTES DE RESISTÊNCIA EM
TEMPERATURAS ELEVADAS

PAULO HENRIQUE SANCHEZ CARDOSO
Engenheiro Mecânico

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e dos Materiais - PPGEM

Porto Alegre
1996

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração Ciências dos Materiais, e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Aleir Antônio Fontana de Paris, UFSM

Prof. Dr. Alexandre Meirelles Pope, CENPES/PETROBRÁS

Prof^ª. Dr^ª. Iduvirges Lourdes Müller, PPGEM/UFRGS

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker
Coordenador do PPGEM

À MEUS PAIS, QUE ME AMAM E APOIAM

AGRADECIMENTOS

A todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho, o meu reconhecimento.

Ao professor.Dr. TELMO ROBERTO STROHAECKER pelo estímulo, orientação, apoio e amizade.

Ao colega Carlos Eduardo Kwietniewski pelas sugestões e observações valiosas.

Ao colega Juan Carlos Ortiz por todo o apoio técnico prestado.

A Susi Mari Marques pelo apoio prestado na ampliação dos negativos.

A Gelsa Edith Englert pelo auxílio na extração eletrolítica de precipitados.

Ao CAPES e CNPQ pelo suporte.

RESUMO

Este trabalho buscou analisar as características de ruptura e os mecanismos de propagação de trinca em alta temperatura de aços inoxidáveis austeníticos do tipo AISI 304.

Foram comparadas as características de aços nunca expostos a trabalho, de aços envelhecidos em laboratório, de aços que trabalharam por mais de 10^5 horas em linha de craqueamento catalítico em temperaturas da ordem de $650-730^{\circ}\text{C}$ e destes mesmos aços expostos a trabalho submetidos a tratamentos de solubilização.

Os tratamentos de envelhecimento nos aços novos e de solubilização nos aços expostos a trabalho foram realizados com o intuito de enfatizar a influência de precipitados de segunda fase na resistência e nos mecanismos de propagação de trinca em alta temperatura do aço inoxidável, sendo as partículas de segunda fase precipitados de carbonetos e componentes intermetálicos.

Cada grupo de teste foi realizado mediante a aplicação de carga constante em corpos de prova pré-trincados (disk-shaped) mantidos a uma temperatura constante de 600°C , tendo como parâmetro principal de comparação o nível inicial de intensidade de tensões aplicado à ponta da trinca.

ABSTRACT

This work aims to analyse rupture and crack propagation mechanisms during AISI 304 high temperature exposure.

Virgin materials, laboratory aged materials, service exposed materials that worked for more than 100 000 hours in catalytic lines in a temperature range of 923-1003 K and these service exposed materials solution treated were compared.

Aging and solution treatments were made to give emphasis on second phase particles influence in high temperature resistance and crack growth, and this particles are either carbide phases or intermettalic phases.

Each group of tests were carried out under constant load and temperature (873 K) in compact-tension disk shaped specimens, with the initial stress intensity factor in crack tip being the main parameter to compare the performance of the materials.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 FLUÊNCIA.....	5
2.2 FENOMENOLOGIA DO COMPORTAMENTO MECÂNICO SOB FLUÊNCIA	5
2.2.1 <i>Deslizamento de discordâncias.....</i>	9
2.2.2 <i>Escalagem de discordâncias.....</i>	9
2.2.3 <i>Difusão</i>	11
2.2.4 <i>Deslizamento de contorno de grão</i>	12
2.3 EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO.....	13
2.4 REFORÇO POR PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS.....	18
2.4.1 <i>Carboneto $M_{23}C_6$.....</i>	21
2.4.2 <i>Carboneto M_6C.....</i>	22
2.5 A FASE σ	23
2.6 A FASE η	26
2.7 A FASE χ	26
2.8 INFLUÊNCIA DA FASE σ NA RESISTÊNCIA A ELEVADAS TEMPERATURAS... 26	
2.9 FRATURA.....	29
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	33
3.1 MATERIAIS.....	33
3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	34
3.2.1 <i>Avaliação metalográfica</i>	34
3.2.2 <i>Difração de raios X em superfície metálica.....</i>	35
3.2.3 <i>Extração eletrolítica de precipitados.....</i>	36
3.2.4 <i>Difração de raios X em precipitados extraídos eletroliticamente.....</i>	40
3.2.5 <i>Análise morfológica dos precipitados extraídos eletroliticamente.....</i>	40
3.3 CORPOS DE PROVA.....	41
3.3.1 <i>Pré trincamento em fadiga</i>	42
3.4 TRATAMENTO DE ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL.....	45
3.5 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO	46
3.6 DUREZA BRINELL (HB)	46
3.7 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TEMPERATURA ELEVADA	47
3.7.1 <i>Máquina de teste de resistência em temperatura elevada.....</i>	47
3.7.2 <i>Garras.....</i>	51
3.8 FRACTOGRAFIA.....	55
4. RESULTADOS.....	56
4.1 AVALIAÇÃO METALOGRÁFICA.....	56
4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM SUPERFÍCIE METÁLICA.....	68
4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLITICAMENTE.....	72
4.4 ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLÍTICAMENTE.....	74
4.5 DUREZA BRINELL.....	76
4.6 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TEMPERATURA ELEVADA.....	76
4.7 FRACTOGRAFIA.....	85

5. DISCUSSÕES	92
5.1 ANÁLISE METALOGRÁFICA	92
5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM SUPERFÍCIE METÁLICA.....	95
5.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLITICAMENTE	96
5.4 FASES PRESENTES	96
5.5 ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLITICAMENTE	97
5.6 DUREZA BRINELL (HB)	98
5.7 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TEMPERATURA ELEVADA.....	99
5.8 FRACTOGRAFIA.....	101
6. CONCLUSÕES.....	103
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	106

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Curva típica de fluência para ensaio a carga constante ⁽¹⁾ .	6
Figura 2 - Ensaio de fluência à carga constante de um ASTM A 479 gr 316 ⁽¹⁾ .	7
Figura 3 - Efeito da pré-deformação na curva de fluência de um AISI 304 ⁽¹⁾ .	8
Figura 4 - Modelo para o deslizamento de discordâncias ⁽¹²⁾ .	9
Figura 5 - Modelos para a escalagem de discordâncias. a) Escalagem de uma discordância em aresta ; b) Escalagem de uma discordância em espiral ⁽¹³⁾ .	10
Figura 6 - Representação esquemática do mecanismo de fluência por difusão. a) Modelo Nabarro-Herring ; b) Modelo Coble ; c) Modelo Harper-Dorn ⁽¹⁾ .	11
Figura 7 - Dependência da mínima taxa de fluência do tamanho médio de grão ⁽²¹⁾ .	15
Figura 8 - Variação da fração de carbonetos intergranulares ρ com o diâmetro de grão $d^{(22)}$.	17
Figura 9 - Dependência predita (linha pontilhada) e experimental da mínima taxa de fluência com o tamanho de grão ⁽²²⁾ .	17
Figura 10 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando precipitação intragranular de carbonetos em discordâncias da matriz ⁽¹⁸⁾ .	19
Figura 11 - Mecanismos de fratura por fluência para um AISI 304 ⁽³⁶⁾ .	30
Figura 12 - Trincas e cavidades em contorno de grão observadas em um AISI 304 fraturado. a) 650 ^o C, 117,7 MPa, tempo de ruptura 4680 h, trincas tipo cunha ; b) 700 ^o C, 78,4 MPa, tempo de ruptura 5550 h, cavidades de fluência associadas com partículas de precipitadas em contorno de grão ; c) 700 ^o C, 47,1 MPa, tempo de ruptura 19600 h, trincas na interface fase σ com austenita ⁽³⁶⁾ .	31
Figura 13 - Corpo de prova para extração eletrolítica.	38
Figura 14 - Célula eletroquímica utilizada na extração eletrolítica de precipitados: a) visão geral, b) corpo de prova imerso no eletrólito.	39
Figura 15 - Corpo de prova "Compact Tension Disk-Shaped" utilizado neste trabalho(cotas em mm).	41
Figura 16 - Abertura de pré-trinca de fadiga em um corpo de prova "apoiado em três pontos".	43
Figura 17 - a) desenho de conjunto da fixação do corpo de prova ao dispositivo para abrir trincas de fadiga, b) dimensionamento do dispositivo(cotas em mm).	44
Figura 18 - Fixação do corpo de prova e dispositivo à máquina de fadiga.	45
Figura 19 - Máquina para testes de fluência.	48
Figura 20 - Sistema de fixação do corpo de prova.	49
Figura 21 - Sistema de aplicação de carga ao corpo de prova.	50
Figura 22 - Fixação do sistema de medição ao conjunto de garras.	51
Figura 23 - Dimensionamento inicial das garras(cotas em mm).	52
Figura 24 - Desenho do dispositivo de acoplamento(cotas em mm).	52
Figura 25 - Novo dimensionamento de garras(cotas em mm).	53
Figura 26 - Aspecto das garras após a dissolução em alta temperatura dos pinos de metal duro.	54
Figura 27 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 novo, Solução A -5g FeCl ₃ , 15 ml HCl e 60 ml de metanol(6 seg.) : aumentos: a)200X, b)500X.	57
Figura 28 - Aspecto metalográfico para o aço AISI 304 envelhecido artificialmente, Solução A -5g FeCl ₃ , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumento:..500X.	57

Figura 29 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 envelhecido artificialmente, Solução 97 -45 g KOH e 60 ml H ₂ O, eletrolítico (15 seg.) : aumento: 500X.	58
Figura 30 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 envelhecido artificialmente, Solução A - 5g FeCl ₃ , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumento: 1000X.	58
Figura 31 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado, Solução A -5g FeCl ₃ , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (3 seg.) : aumentos: a) 200X, b) 500X, c) 1000X.	59
Figura 32 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado, Solução A -5g FeCl ₃ , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumentos: a) 200X, b) 500X, c) 1000X.	60
Figura 33 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado, Solução 97 -45 g KOH e 60 ml H ₂ O, eletrolítico (15 seg.) : aumentos: a) 200X, b) 500X, c) 1000X.	60
Figura 34 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 10 min., Solução A -5g FeCl ₃ , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumentos: a) 200X, b) 500X.	62
Figura 35 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min., Solução 97 -45 g KOH e 60 ml H ₂ O, eletrolítico (15 seg.) : aumento: 200X.	63
Figura 36 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min., Solução 97 -45 g KOH e 60 ml H ₂ O, eletrolítico (15 seg.) : aumento: 500X.	63
Figura 37 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min., Solução A -5g FeCl ₃ , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumento : 500X.	64
Figura 38 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 novo obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumento: 796X.	65
Figura 39 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 envelhecido artificialmente obtido em microscópio eletrônico e varredura : aumento: 2864X.	66
Figura 40 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumentos: a)473X, b)966X.	66
Figura 41 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 10 min. obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumentos: a)1264X, b)1680X.	67
Figura 42 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min. obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumentos: a)870X, b)1280X.	67
Figura 43 - Padrão para difração de raios X em superfície metálica.	68
Figura 44 - Padrão de difração de raios X em superfície metálica com extrapolação de escala.	69
Figura 45 - Padrão de difração de raios X obtido por Lai ⁽³⁵⁾ .	70
Figura 46 - Padrão para difração de raios X em precipitados extraídos eletroliticamente.	73
Figura 47 - Aspecto morfológico dos precipitados extraídos eletroliticamente :aumentos: a)701X, b)1402X.	75
Figura 48 - Aspecto morfológico dos precipitados unidos à matriz austenítica corroída :aumento:2040X.	75
Figura 49 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material novo (K em MPa.m ^{0.5}).	77
Figura 50 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material envelhecido artificialmente (K em MPa.m ^{0.5}).	78
Figura 51 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material usado (K em MPa.m ^{0.5}).	79
Figura 52 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material usado por 10 min (K em MPa.m ^{0.5}).	80
Figura 53 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material usado solubilizado por 30 min (K em MPa.m ^{0.5}).	81
Figura 54 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de 25 MPa.m ^{0.5} .	82

<i>Figura 55 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de 27 MPa.m^{0.5}.</i>	83
<i>Figura 56 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de 30 MPa.m^{0.5}.</i>	84
<i>Figura 57 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de 35 MPa.m^{0.5}.</i>	85
<i>Figura 58 - Aspecto da fratura para material novo :aumentos: a)142X, b)402X.</i>	86
<i>Figura 59 - Aspecto da fratura para material envelhecido artificialmente :aumentos: a)81X, b)204X.</i>	86
<i>Figura 60 - Aspecto metalográfico da região a fim de explicar trincamento transgranular em material envelhecido artificialmente em ensaio interrompido :aumento:2864X.</i>	87
<i>Figura 61 - Aspecto da fratura para material usado:aumento:278X.</i>	87
<i>Figura 62 - Aspecto da fratura para material usado:aumento:614X.</i>	88
<i>Figura 63 - Aspecto da fratura para material usado:aumento:687X.</i>	88
<i>Figura 64 - Aspecto da fratura para material envelhecido em serviço solubilizado por 10 min.:aumentos: a)110X, b)443X.</i>	89
<i>Figura 65 - Aspecto da fratura para material usado solubilizado por 30 min.:aumentos: a)204X, b)225X.</i>	90
<i>Figura 66 - Aspecto da fratura para material usado solubilizado por 30 min.:aumentos: a)382X, b)1004X.</i>	90
<i>Figura 67 - Aspecto macrográfico da fratura do material envelhecido artificialmente em um ensaio interrompido.</i>	91
<i>Figura 68 - Aspecto macrográfico da fratura do material usado em ensaio interrompido.</i>	91
<i>Figura 69 - Precipitação intergranular de carbonetos em um AISI 316⁽²⁶⁾.</i>	92
<i>Figura 70 - Precipitação intragranular de fase σ em um AISI 310⁽³¹⁾.</i>	94
<i>Figura 71 - Aspecto morfológico de partículas de segunda fase em um AISI 316⁽²⁸⁾.</i>	98

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos, como o AISI 304, tem sido amplamente utilizados em usinas de força, plantas geradoras de vapor e em indústrias petroquímicas devido as suas boas propriedades mecânicas, excelente resistência à corrosão e fabricabilidade.

Os aços inoxidáveis são amplamente utilizados em temperaturas elevadas quando aços carbono e aços ferríticos de baixa liga não possibilitam adequada resistência mecânica e resistência à corrosão. Uma preferência pela matriz austenítica é baseada em sua maior resistência à fluência, associada ao fato de que a difusão de átomos no estado sólido apresenta uma grande influência no processo de fluência, sendo que a difusibilidade do ferro é duas ordens de magnitude menor na austenita do que na ferrita e na martensita.

No entanto, longos tempos de exposição destas ligas à elevadas temperaturas causam a decomposição da matriz austenítica, resultando na formação de carbonetos e de fases intermetálicas. Estas alterações microestruturais apresentam influência marcante nas propriedades dos mesmos, tanto a temperatura ambiente quanto a temperaturas elevadas.

Face a estas colocações passam a ser importantes análises dos aspectos microestruturais que governam as deformações e os mecanismos de propagação de trinca nesses níveis de temperatura para a caracterização destes materiais.

Numerosas investigações sobre as mudanças nas propriedades dessas ligas ocorridas durante o envelhecimento tem sido reportadas. Infelizmente

os dados da literatura sobre as mudanças microestruturais ocorridas durante longos tempos de serviço em elevadas temperaturas e sua correlação com as propriedades mecânicas, físicas e químicas são escassos e, muitas vezes, contraditórios.

Sabe-se que existem vários métodos de aumento de resistência em altas temperaturas de aços inoxidáveis austeníticos, sendo a precipitação de carbonetos um dos métodos mais efetivos para este reforço.

Entretanto, após elevados tempos de exposição destes aços à elevadas temperaturas, pode ocorrer a precipitação de fases intermetálicas com tendência à dissolução dos carbonetos, as quais podem apresentar efeito deletério sobre a resistência à fluência do material.

Tendo em vista que a fluência em materiais é um processo predominantemente dominado por deformações acumuladas ao longo do tempo, com característica de ruptura normalmente relacionada com a nucleação e coalescimento de vazios, a mesma apresenta-se como um processo de difícil análise em laboratório em virtude dos longos tempos envolvidos.

Sendo assim optou-se neste trabalho por se fazer uma qualificação de material, comparando-se as características de resistência e dos mecanismos de propagação de trinca em diversas condições de trabalho de um AISI 304, sendo essas de um aço nunca antes exposto a trabalho, de um aço envelhecido artificialmente visando a precipitação somente de carbonetos, de um aço que trabalhou por mais de 10^5 horas em linha de craqueamento catalítico em temperaturas da ordem de $650-750^{\circ}\text{C}$, sendo que neste caso ocorreu a precipitação de fases intermetálicas, e desse mesmo aço exposto a

serviço submetido a dois tipos de tratamentos de solubilização, visando a recuperação de propriedades mecânicas.

Enfatiza-se, então, o fato do trabalho ter buscado qualificar um material através de testes de resistência em temperatura elevada quando da presença de fases precipitadas, visto que essas influenciam enormemente na resistência à fluência de materiais.

Em virtude de componentes operantes de linha de trabalho muitas vezes apresentarem defeitos nucleados em serviço, optou-se por analisar o comportamento de materiais baseado em ensaios de mecânica da fratura, onde os corpos de prova possuem pré-trincas de fadiga (ASTM E 399-91) que simulam os defeitos ocorridos em linhas de trabalho normais. Os ensaios foram feitos com aplicação de carga constante a uma temperatura de 600°C tendo como parâmetro de comparação um fator inicial de intensidade de tensões aplicado à ponta da trinca $K[\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}]$. Foram efetuados acompanhamentos do deslocamento da linha de aplicação da carga em relação ao tempo de ensaio para diversos níveis do fator de intensidade de tensões inicialmente aplicado.

Adicionalmente foram efetuadas análises metalográficas para a caracterização microestrutural do material estudado.

Muitas vezes a caracterização destas fases não é trivial. Existem técnicas bastante sofisticadas de metalografia que, por ataque químico simples e eletrolítico seletivo podem, por diferença de contraste e cor, caracterizar as fases presentes no complexo aspecto microestrutural que essas ligas podem apresentar. Entretanto estas técnicas não são sempre totalmente aplicáveis. Dai surge a necessidade de aperfeiçoamento de outras

técnicas de caracterização, como a difração de raios X por exemplo, que apresenta maior grau de confiabilidade.

O emprego de análises por microsonda em dispersão de energia, por exemplo, não é totalmente confiável, uma vez que as fases apresentam-se normalmente na forma de finos precipitados, impedindo sua determinação.

Portanto, com a intenção de melhor caracterizar estas fases, foram aplicadas técnicas convencionais de metalografia, extração eletrolítica de precipitados e caracterização de fases por difração de raios X.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 FLUÊNCIA

Entende-se deformação dependente do tempo como aquela deformação que se acumula sob uma tensão constante ou que pouco varia ao longo do tempo.

Fluência é o processo que permite a acumulação desta deformação. Este processo se manifesta em qualquer temperatura, mas seus efeitos se acentuam à temperaturas em torno e acima da metade da temperatura absoluta de fusão do material.

A fluência envolve diferentes mecanismos que atuam em paralelo, somando seus efeitos. Dependendo do material, das suas características estruturais, da intensidade do campo de tensões e da temperatura, um dentre esses mecanismos assume o controle do processo de fluência. Entende-se por mecanismo controlador aquele que corresponde a maior parcela de deformação com que o material reage à fluência.

A deformação progressiva introduz na estrutura do material defeitos que originam um processo de fratura. A ocorrência da fratura pressupõe que os danos associados à fluência tenham atingido um nível intolerável para o material em questão⁽¹⁾.

2.2 Fenomenologia do Comportamento Mecânico sob Fluência

A variação da deformação com o tempo para um material exposto à fluência é representada em seus aspectos gerais na figura 1. A deformação por fluência acumula-se a partir de ϵ_0 , que é a deformação pertinente à

aplicação de carga inicial, a qual é mantida constante para a maioria dos ensaios de qualificação.

Em geral, quando um material é solicitado por fluência, ele apresenta inicialmente taxas de deformação ($\dot{\epsilon}$) elevadas, que diminuem com o tempo, correspondendo ao chamado primeiro estágio de fluência. Neste período acredita-se que a subestrutura do material evolua até atingir uma configuração de equilíbrio. A estabilidade estrutural caracteriza o segundo estágio de fluência, onde a taxa de deformação passa por um valor mínimo, $\dot{\epsilon}_m$, e pouco varia em torno dele.

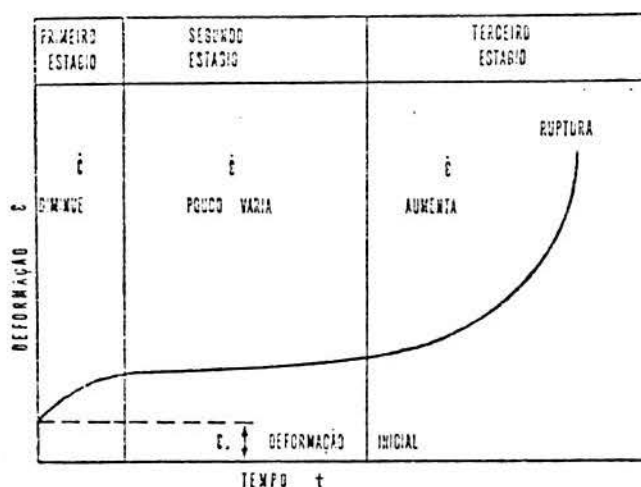


Figura 1 - Curva típica de fluência para ensaio a carga constante⁽¹⁾.

Segundo Honeycombe e Wray, citados por Miranda et al.⁽¹⁾, a ação progressiva da fluência introduz defeitos na estrutura do material, sendo que estes defeitos acabam por vencer o equilíbrio que distingue o segundo estágio e a taxa de deformação passa a aumentar devido a rápida acumulação de defeitos associados à fratura, caracterizando o terceiro estágio de fluência.

A figura 2 apresenta a curva de fluência de um aço inoxidável ASTM A 479 gr 316 ensaiado sob carga constante com tensão inicial de 118 MPa à temperatura de 700°C. Deve ser destacado que a tensão aplicada varia durante o ensaio, o que acentua-se no terceiro estágio, devido à grande redução de área resistente.

Alguns autores, como Dieter e Cunha et al., mencionados por Miranda et al.⁽¹⁾, preferem conduzir seus experimentos sob tensão constante, apresentando diferenças quantitativas em relação aos ensaios à carga constante, mas não está provado que estas diferenças sejam significativas para o interesse industrial.

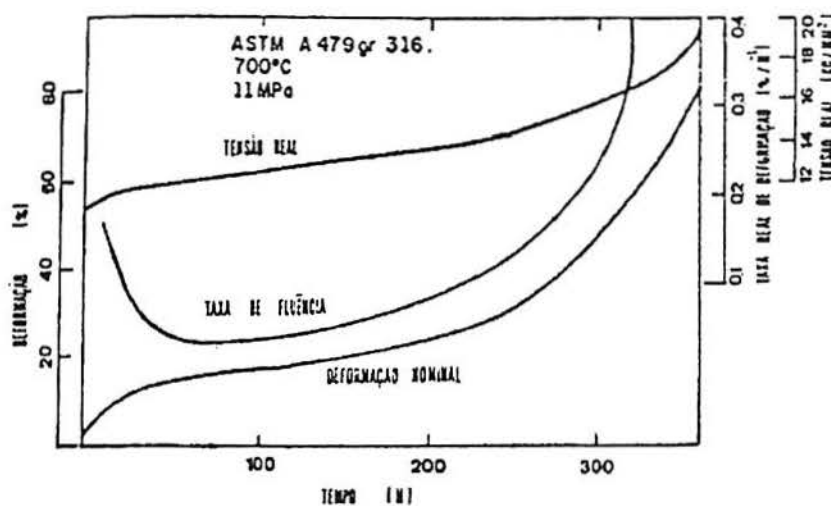


Figura 2 - Ensaio de fluência à carga constante de um ASTM A 479 gr 316⁽¹⁾.

Cita-se, também, que na realização de ensaios com corpos de prova pré-trincados (ASTM E 399-91)⁽²⁾, alguns autores optam por realizar testes com taxa de deslocamento da linha de carga constantes, ao invés de com carga constante^(3, 4, 5, 6 e 7).

Para ensaios convencionais (ASTM E 139-83, reapproved 1990)⁽⁸⁾, o aspecto geral descrito na figura 1 admite excessões, citando-se um tratamento capaz de alterar tal aspecto como a pré-deformação, ou trabalho a frio^(9 e 10).

O efeito deste tratamento demonstra, claramente, que o estado da estrutura de aços inoxidáveis austeníticos afeta enormemente a natureza do processo de fluência. O papel do trabalho a frio na fluência será detalhado mais adiante.

Dai vem a necessidade de análise de aspectos microestruturais de materiais, quando estes estão expostos a sollicitação mecânica em temperaturas elevadas.

A figura 3 apresenta tal aspecto para um AISI 304 ensaiado a 700°C e tensão inicial de 172 MPa.

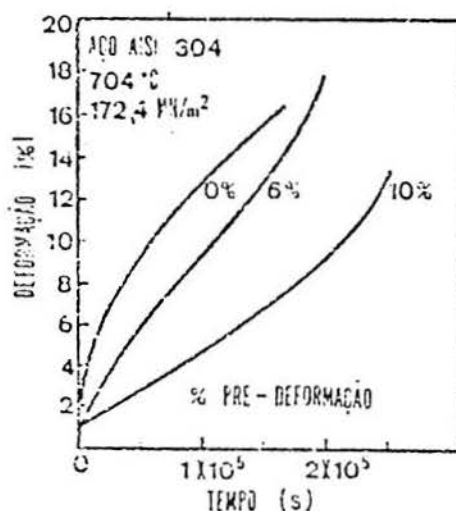


Figura 3 - Efeito da pré-deformação na curva de fluência de um AISI 304⁽¹⁾.

2.2.1 Deslizamento de discordâncias

Segundo este mecanismo, a deformação por fluência é controlada pelo movimento de discordâncias em aresta em seus planos preferenciais de deslizamento, sendo os obstáculos superados por ativação térmica^(11 e 12).

O deslizamento de discordâncias é o mecanismo ativo para elevadas tensões, pois ele só se manifesta acima de certa tensão crítica, sendo esta geralmente alta⁽¹⁾.

A figura 4 apresenta um modelo deste mecanismo.

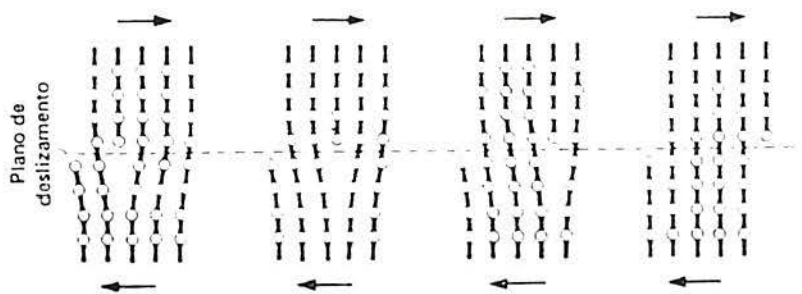


Figura 4 - Modelo para o deslizamento de discordâncias⁽¹²⁾.

2.2.2 Escalagem de discordâncias

Este mecanismo ocorre através da difusão de lacunas ou átomos intersticiais, sendo que estes podem ir para a discordância ou podem ser emitidos por ela. O processo prevê que o movimento das discordâncias envolva deslizamento e escalagem em atuação conjugada. Assim, há uma movimentação da discordância na direção perpendicular ao seu comprimento

pelo processo de deslizamento e também verticalmente pelo processo de escalagem^(11,12 e 13).

Dificilmente no processo de escalagem são adicionadas ou retiradas fileiras atômicas inteiras. Na realidade somente pequenos grupos de lacunas se difundem para a discordância, ocorrendo a escalagem somente sobre um curto segmento da linha de discordâncias. Isto dá origem a formação de pequenos degraus ao longo da linha de discordâncias.

Como é um processo controlado por difusão, e é termicamente ativado, o processo ocorre mais facilmente com o aumento da temperatura.

A figura 5 mostra dois modelos para explicar este mecanismo.

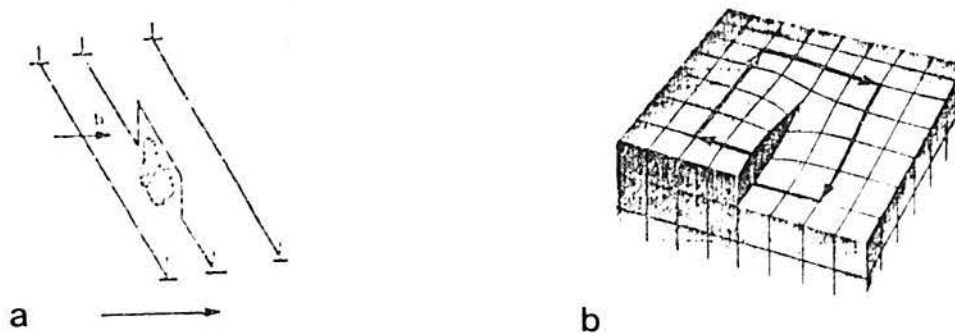


Figura 5 - Modelos para a escalagem de discordâncias. a) Escalagem de uma discordância em aresta ; b) Escalagem de uma discordância em espiral⁽¹³⁾.

Para o caso do deslizamento de uma discordância em aresta, onde esta encontra um obstáculo em seu plano de deslizamento, na região do obstáculo a linha da discordância absorve lacunas ou interstícios até superar a barreira, após o que, o deslizamento volta a ocorrer em toda a extensão da linha.

Para o caso de discordâncias em espiral, as discordâncias que se movem no conjunto de planos preferenciais de deslizamento se interceptam e sobre suas linhas resultam degraus. Dependendo da natureza da discordância e da forma de interceptação, estes degraus estão impedidos de acompanhar o deslizamento do restante da linha porque não pertencem ao plano de deslizamento. A tensão aplicada sobre estes degraus pela linha da discordância faz com que estes tendam a se mover, para o que emitem átomos intersticiais ou lacunas, num processo de difusão^(11,12 e 13).

2.2.3 Difusão

O mecanismo aqui citado como fluência por difusão depende do fluxo de defeitos pontuais assistido pela tensão aplicada, e como tal se trata de um processo termicamente ativado.

Na faixa de temperatura de aplicações industriais, a difusão no estado sólido é um processo lento e as taxas de fluência resultantes são baixas.

A figura 6 mostra a representação esquemática para o mecanismo de fluência por difusão.

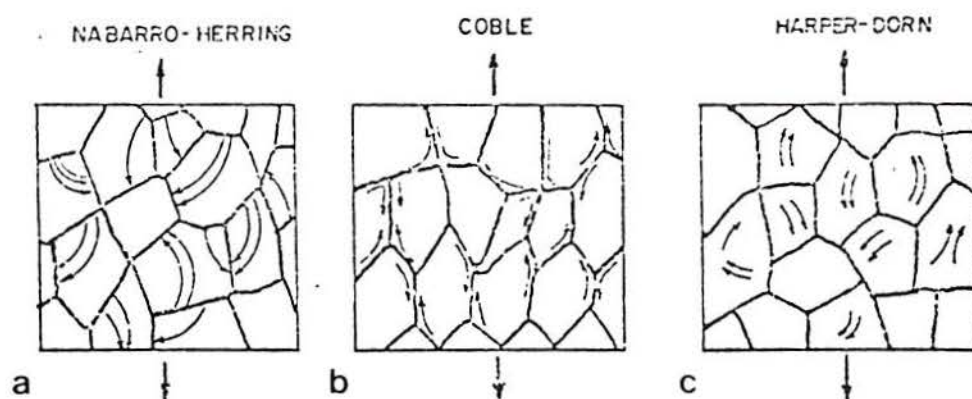


Figura 6 - Representação esquemática do mecanismo de fluência por difusão. a) Modelo Nabarro-Herring ; b) Modelo Coble ; c) Modelo Harper-Dorn⁽¹⁾.

Dependendo das condições de temperatura e tensão, o fluxo de defeitos pode ocorrer, preferencialmente, pelo cristal ou pelos contornos de grão^(1,9 e 11).

O mecanismo de Nabarro-Herring⁽¹⁴⁾ resulta da difusão de lacunas entre regiões sobre os contornos submetidos a diferentes níveis de tensão, de tal modo que a trajetória para este fluxo passe pelo interior dos grãos. Como resultado deste processo, o grão se alonga na direção da tensão aplicada. Este mecanismo não envolve a movimentação das discordâncias. Assim, cita-se a relação deste modelo com o tamanho de grão como uma relação inversa entre a taxa mínima de fluência e o quadrado do tamanho de grão.

O modelo de Coble⁽¹⁵⁾ é similar em seus princípios ao modelo de Nabarro-Herring, com a diferença de que o mecanismo preferencial para a difusão coincide com os contornos de grão.

Uma terceira forma de fluência por difusão e que é favorecida pelas altas temperaturas é o mecanismo Harper-Dorn⁽¹⁶⁾. Neste caso a fonte e os sorvedouros de lacunas operam por dentro dos grãos.

2.2.4 Deslizamento de contorno de grão

Muitos autores preferem não considerar o deslizamento de contornos de grãos nos materiais policristalinos como um mecanismo independente de deformação e sim como uma alternativa de localização de deformação. Segundo este ponto de vista, o mecanismo de deslizamento de contornos de grãos resulta da atuação conjugada de fluência por difusão e fluência por discordâncias, sendo acompanhado por deformação no interior dos grãos

como condição para continuidade estrutural, o que é confirmado por Horton, citado em Miranda et al.⁽¹⁾.

O deslizamento de contorno de grãos não apresenta, geralmente, uma contribuição dominante para a taxa de deformação dos materiais policristalinos sob condição de fluência mas tal comportamento é, entretanto, de extrema importância pelo controle que exerce sobre os mecanismos de fratura⁽¹⁷⁾.

A taxa mínima de fluência devido a deformação de contorno de grão, $\dot{\epsilon}_{cgm}$, é proporcional a densidade de contornos no material e, por extensão, ao inverso do tamanho de grão.

2.3 EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO

O efeito do tamanho de grão nas propriedades de fluência de ligas de fase simples e de fase múltipla tem gerado grandes controvérsias na literatura, embora, na prática, tamanhos de grão maiores sejam preferidos para maiores tensões de ruptura.

A dependência da taxa de fluência em relação ao tamanho de grão é bem estabelecida teoricamente na fluência difusional. Neste regime a taxa de fluência é inversamente proporcional ao quadrado ou cubo do tamanho de grão, dependendo de quando a difusão de vacâncias seja via reticulado cristalino ou via contorno de grão.

Cita-se que em alguns casos, a mudança no tamanho médio de grão toma lugar durante o estágio transiente, o que pode tornar a comparação entre a mínima taxa de fluência e o tamanho de grão original menos significativa.

Mathew et al.⁽¹⁸⁾, em estudo sobre a influência do carbono e nitrogênio nas propriedades em fluência de um AISI 316 a 600^oC, comparando as características da liga original com outra liga baixo carbono com adições de nitrogênio, relatam que variações no tamanho de grão de 70 a 88 μ m não tem nenhum efeito significativo sobre as propriedades em fluência do referido aço. Estes resultados foram baseados em estudos de Mannan e Rodriguez, citados por Mathew et al.⁽¹⁸⁾ sobre o efeito do tamanho de grão na faixa entre 40 e 650 μ m na fluência de um aço AISI 316 em níveis de temperatura de 600 a 700^oC.

Kondo et al.⁽¹⁹⁾ investigaram o efeito do tamanho de grão em uma liga de fase simples do tipo 17%Cr-14%Ni a 900^oC. Neste estudo, a taxa de fluência do estado estacionário decrescia para um mínimo, e então aumentava com o aumento do tamanho de grão original. A mínima taxa de fluência era alcançada para um tamanho de grão em torno de 100 μ m.

Para o limite de tamanho de grão menor do que 100 μ m, a taxa de fluência era inversamente proporcional ao diâmetro do grão. Nesta faixa o tamanho original de grão não muda para o estado estacionário de fluência. Acima deste limite de tamanho de grão original, uma mudança no tamanho de grão original é verificada durante o estágio transiente.

No último limite de tamanho de grão, onde a taxa de fluência do estado estacionário aumenta com o aumento do tamanho de grão original, novos pequenos grãos são formados ao longo dos contornos de grão, tornando a distribuição de tamanho de grão não uniforme, não podendo mais a relação taxa de fluência por tamanho de grão ser discutida da forma inicial.

Garalfo et al.⁽²⁰⁾, citados em Matsuo et al.⁽¹⁹⁾, também observaram a mesma dependência em uma liga do tipo 17%Cr-14%Ni, como é mostrado na figura 7.

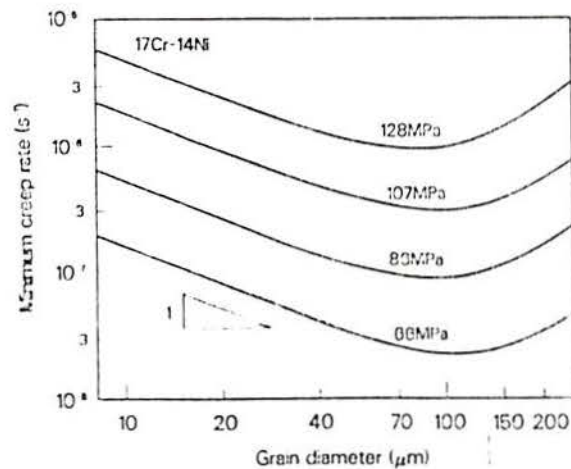


Figura 7 - Dependência da mínima taxa de fluência do tamanho médio de grão⁽²¹⁾.

Aparentemente o aumento no tamanho de grão original é acompanhado do aparecimento de subcontornos de grão, sendo que contornos e subcontornos atuam como sorvedouros de discordâncias, agrupando-as e diminuindo assim a tensão interna, o que implica em aumento da tensão efetiva e, conseqüentemente, no aumento da taxa de fluência.

Já Li et al.⁽²²⁾ em estudo sobre a influência da densidade de carbonetos intergranulares e do tamanho de grão nas propriedades de fluência de uma liga de fase múltipla 15%Cr-25%Ni, citando o conceito de tensão interna, onde:

$$\sigma_{bo} = m (b K G/ d) \sigma^{0.5}, \text{ com:}$$

b: vetor de Burges;

K: constante;

G: módulo transversal de cisalhamento;

d: tamanho de grão;

m: fator de concentração de tensões;

ρ : densidade de carbonetos intergranulares,

sendo que m é dependente de ρ , colocam que para uma liga de fase simples, para $d > 60\mu\text{m}$, a taxa de fluência é independente do tamanho de grão, pois para a liga de fase simples a densidade de carbonetos é igual a zero e, conseqüentemente, o valor da tensão interna será igual a zero, o que é confirmado por Chen et al.⁽²³⁾.

Da fórmula de σ_{bo} , para o caso de $m = \rho = 1$ (90 % ou mais da área de contorno de grão coberta por carbonetos) se manter constante, uma queda da tensão interna com a queda do tamanho de grão será predita. Entretanto, a densidade de carbonetos ρ decai com a queda do diâmetro médio do grão d , como é mostrado na figura 8, em virtude de um aumento de área de contorno de grão para uma mesma quantidade de carbonetos intergranulares, diminuindo a tensão interna e aumentando a taxa de fluência.

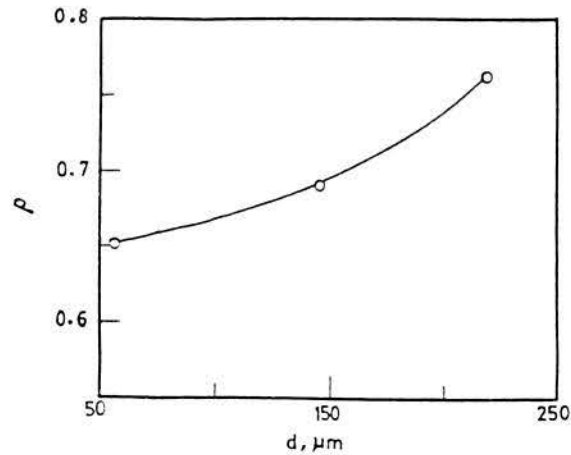


Figura 8 - Variação da fração de carbonetos intergranulares ρ com o diâmetro de grão $d^{(22)}$.

Para tamanhos de grão acima do tamanho crítico, $m = \rho = 1$ se mantém constante, ocorrendo assim um aumento na taxa de fluência com o aumento do tamanho de grão.

É sugerido que a determinação de um tamanho de grão crítico seja influenciada pela competição entre estes dois fatores, como é mostrado na figura 9, onde compara-se a dependência da taxa de fluência do tamanho de grão para o predito pela expressão de σ_{b_0} e para o trabalho experimental.

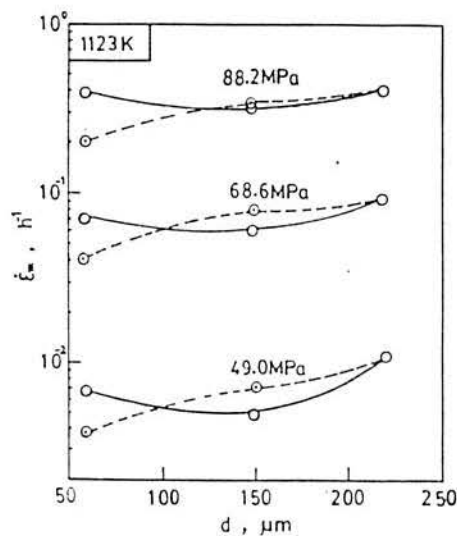


Figura 9 - Dependência predita (linha pontilhada) e experimental da mínima taxa de fluência com o tamanho de grão⁽²²⁾.

2.4 Reforço por precipitação de carbonetos

O reforço de aços inoxidáveis por precipitação de partículas de carbonetos tem sido encontrado como um dos métodos mais efetivos para ganho de resistência em temperaturas elevadas, sendo que reforços de mais de duas ordens de grandeza podem ser facilmente obtidos, dependendo da forma e da distribuição dos carbonetos precipitados.

Li et al.⁽²²⁾ relatam queda na taxa de fluência com o aumento na densidade de carbonetos intergranulares em um aço inoxidável austenítico 15%Cr-25%Ni. Chen et al.⁽²³⁾ falaram sobre uma tensão limite (Threshold) para o escorregamento de contornos de grão, que aumenta com a queda do espaçamento das partículas de contorno de grão.

Entretanto, a deformação dos grãos da matriz por escalagem é dominante para uma liga de fase simples de acordo com Jin et al., citados por Li et al.⁽²²⁾. Isso sugere que pode haver apenas uma pequena contribuição a deformação total da acomodação do escorregamento de contornos de grão. Assim, quedas drásticas na taxa de fluência não podem ser explicadas somente pela inibição do escorregamento de contorno de grão, acreditando-se que o aumento na resistência é devido a alta densidade local de discordâncias perto dos carbonetos em contorno de grão, o que leva a elevada tensão interna, reduzindo a tensão efetiva aplicada.

Mathew et al.⁽¹⁸⁾, em estudo sobre a resistência à fluência de um AISI 316, citam que o carbono presente como solução supersaturada é conhecido por gerar reforço por solução sólida a baixas temperaturas e curtos tempos de ruptura em fluência. A altas temperatura e longos tempos de fluência a precipitação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ começa a ocorrer e assim

influenciar na resistência à fluência do material. A precipitação de carbonetos intergranulares, finamente distribuídos nos contornos de grão, geram resistência ao escorregamento destes contornos aumentando, assim, sua resistência à fluência.

A precipitação intragranular de carbonetos em discordâncias da matriz é conhecida por gerar reforço da matriz por impedir a escalagem e o escorregamento de discordâncias, sendo que tanto na precipitação intra quanto intergranular os precipitados finos e mais fechadamente espaçados contribuem de melhor forma para a obtenção de baixas taxas de fluência, o que é confirmado por Morris et al. citado por Mathew et al.⁽¹⁸⁾.

A figura 10 mostra a precipitação intragranular de carbonetos em discordâncias da matriz austenítica de um AISI 316.



Figura 10 - Micrografia eletrônica de transmissão mostrando precipitação intragranular de carbonetos em discordâncias da matriz⁽¹⁸⁾.

Desde que a precipitação de carbonetos é um fenômeno controlado por difusão⁽¹⁸⁾, os efeitos benéficos da precipitação nas propriedades em fluência são mais pronunciados em testes de longa duração.

A ductilidade na ruptura em fluência é determinada tanto por deformação intragranular quanto por danos intergranulares e, já que a maior contribuição para a ductilidade vem da deformação da matriz⁽²⁴⁾, um contorno de grão forte é necessário para que a matriz possa se deformar e contribuir para a ductilidade. Assim sendo, explica-se a importância da precipitação intergranular no sentido de prevenir o deslizamento de contornos de grão, sendo que este deslizamento pode levar a concentração de tensões, o que se não acomodado leva a formação de trincas e cavidades em contornos de grãos.

Matsuo et al.⁽²¹⁾ no estudo de propriedades de uma liga 17%Cr-14%Ni fizeram observações semelhantes sobre o reforço por precipitação de carbonetos. Eles citam que precipitados intergranulares pequenos, com formato granular, são efetivos na supressão da nucleação de vazios intergranulares e trincas através da redução da concentração de tensões proveniente do deslizamento de contornos de grãos, colocando também que os precipitados intergranulares agem como barreira contra a propagação de trincas, o que é confirmado por Weaver⁽²⁵⁾, citado por Matsuo et al.⁽²¹⁾.

Zhang et al., também citados por Matsuo et al.⁽²¹⁾, colocam que em um aço inoxidável austenítico 15%Cr-25%Ni, ocorre um aumento na resistência à fluência através da precipitação de carbonetos $M_{23}C_6$. Entretanto, eles especulam que fatores de reforço devido a precipitação intergranular devem diminuir com o aumento da resistência da matriz por precipitação intragranular, onde o reforço do contorno de grão perderia o efeito em virtude de um reforço maior da matriz.

Em oposição ao citado acima, ElBatahgy, citado por Matsuo et al.⁽²¹⁾, coloca que o reforço por precipitação intergranular continua sendo efetivo mesmo para altos limites de resistência da matriz, sendo que para limites de resistência da liga maiores que o limite de resistência da matriz, o reforço por precipitação intergranular se soma ao reforço da matriz obtido por outros mecanismos de aumento de resistência.

2.4.1 Carboneto $M_{23}C_6$

O carboneto $M_{23}C_6$ é o carboneto mais comumente observado em aços inoxidáveis tratados termicamente e vários estudos são feitos centrados na estrutura cristalina, composição, mecanismo de precipitação e morfologia.

A estrutura cristalina do $M_{23}C_6$ é cúbica de face centrada com parâmetro de rede dado como 10.638 Ångstrons⁽²⁶⁾.

Kautz e Gerlach⁽²⁷⁾ relatam-no como $(Cr_{17}, Fe_{4.5}, Mo_{1.5})C_6$, com parâmetro de rede 10.680 Ångstrons em um aço contendo Molibdênio.

No estudo de Weiss e Stickler⁽²⁶⁾, em amostras de aço AISI 316 e 316L, o parâmetro de rede do $M_{23}C_6$ aumentava com a temperatura de envelhecimento para as amostras com baixo teor de carbono, enquanto que nas amostras com alto teor de carbono o parâmetro de rede aumentava com o tempo de envelhecimento. Neste estudo eles colocaram a composição do $M_{23}C_6$ como $(Cr_{16}, Fe_5, Mo_2)C_6$, sendo que Goldschmidt, citado por Weiss e Stickler⁽²¹⁾, relata o carboneto como $(FeCr)_{23}C_6$.

A morfologia e sequência de precipitação do $M_{23}C_6$ são similares aquelas reportadas para outros aços inoxidáveis. Em amostras solubilizadas e envelhecidas o $M_{23}C_6$ precipita em contornos de grão, interfaces incoerentes e coerentes de "twin boundaries"(contornos de maclas) e,

finalmente, intragranularmente. Inclusões não metálicas atuam também como sítios de nucleação, com a precipitação ocorrendo quase que simultaneamente com a precipitação em interfaces incoerentes⁽²⁶⁾.

O trabalho a frio acelera a precipitação do $M_{23}C_6$. Comparando-se com amostras solubilizadas, as partículas de carbonetos apresentam-se em tamanhos menores nas amostras trabalhadas a frio e solubilizadas. Para este caso os precipitados aparecem primeiro em contornos de grãos e intersecção de falhas, contornos incoerentes e coerentes de maclas e, finalmente, ao longo de linhas de discordâncias e em planos de falhas⁽²⁶⁾.

Em geral é assumido um efeito de aceleração da precipitação pelo trabalho a frio. Isso pode ser explicado por um aumento nos sítios de nucleação (discordâncias e falhas na rede cristalina) que acompanha o trabalho a frio.

Um aumento no teor de carbono resulta em aumento da estabilidade dos carbonetos em alta temperatura. Weiss e Stickler⁽²⁶⁾ citam que o $M_{23}C_6$ é estável para temperaturas em torno de 900°C para ligas de AISI 316L, com 0,02% de carbono. Em tratamentos comparáveis, o tamanho das partículas de carbonetos aumenta em amostras com maior teor de carbono e a morfologia dos carbonetos muda para partículas maciças, com considerável aumento em sua quantidade.

2.4.2 Carboneto M_6C

O carboneto M_6C foi primeiramente reportado por estar presente em aços rápidos, sendo que este carboneto também foi encontrado em algumas variações de aços inoxidáveis estabilizados com Nióbio (como o AISI 347).

A composição deste carboneto foi relatada como sendo $(\text{Fe}_3 \text{Mo}_3) \text{C}^{(26)}$ em investigações em aços com alto teor de Molibdênio.

Goldschmidt, citado por Weiss e Stickler⁽²⁶⁾, relata o M_6C como sendo o M_{23}C_6 alterado pela presença de Molibdênio.

Em virtude de o AISI 304 em estudo possuir teor de Molibdênio em torno de 0.3% (ver tabela 1), não espera-se que este carboneto seja encontrado neste aço, não sendo assim pertinente a maiores análises.

2.5 A FASE σ

A fase σ é um intermetálico duro e frágil que apresenta estrutura cristalina tetragonal complexa com 30 átomos por unidade celular. A dureza desta fase é em torno de 68 Rockwell C.

Sasmal, citado por Kwietniewski⁽²⁸⁾, afirma que em ligas Fe-Cr-Ni, no mínimo 18% de cromo são necessários para induzir a formação da fase σ .

Já Hull⁽²⁹⁾ tem estudado o efeito de outros elementos de liga na tendência de uma liga formar fase σ em termos de “cromo equivalente”.

Weingand e Doruk⁽³⁰⁾ sugeriram que a fase σ não pode acomodar prontamente carbono em seu reticulado e, baseado nisso, Weiss e Stickler⁽²¹⁾ propuseram que o nível de carbono na matriz austenítica deveria ser reduzido até um certo valor crítico, antes que fases intermetálicas pudessem se formar. Assim, é o “cromo equivalente efetivo”, avaliado após a precipitação de carbonetos, que irá determinar a tendência de uma liga formar ou não fase σ . Essa tendência é aparentemente baixa quando o cromo equivalente efetivo ($\text{Cr}_{\text{ee}} = \text{Cr} + 0.31\text{Mn} + 1.76\text{Mo} + 0.97\text{W} + 2.02\text{V}$

+ 1.58Si + 2.44Ti + 1.7Nb + 1.22Ta - .226Ni - 0.177Co) cair abaixo de 18%.

Hall e Algie, citados por Weiss e Stickler⁽²⁶⁾, relatam a fase σ como (Fe Cr), (Fe Mo) ou (Fe Cr Mo), com $a_0 = 8.799$ Ångstrons e $c_0 = 4.544$ Ångstrons para (Fe Cr) e $a_0 = 9.188$ Ångstrons e $c_0 = 4.818$ Ångstrons para (Fe Mo). Wiegand e Doruk⁽³⁰⁾, relatam a fase σ como $(Mo_{8.35} Cr_{30.8} Ni_{4.1})Fe$. Na investigação de Weiss e Stickler⁽²⁶⁾, eles citaram-na como $(Mo_{11} Cr_{29} Fe_{55} Ni_5)$, com $a_0 = 8.828$ Ångstrons e $c_0 = 4.597$ Ångstrons

Os valores de a_0 aumentam com a temperatura de envelhecimento, enquanto que c_0 parece ser independente do tratamento de envelhecimento⁽²⁶⁾.

Goldschmidt, citado por Weiss e Stickler⁽²⁶⁾, sugeriu que uma descarbonetação do $M_{23}C_6$ poderia resultar em uma transformação química do carboneto em fase intermetálica σ .

Shingal e Martin, citados por Weiss e Stickler⁽²²⁾, declaram que a fase σ requer, para sua nucleação, interfaces de alta energia, como contornos de grão com alto ângulo, contornos incoerentes de maclas ou interfaces de alta energia de fases secundárias.

No estudo de Weiss e Stickler⁽²⁶⁾, a fase σ aparece sequencialmente iniciando-se em pontos triplos de contorno de grão, então em contornos normais de grão e depois de longos tempos em altas temperaturas em contornos incoerentes de maclas, e, finalmente intragranularmente. A fase σ não nucleia-se homoganeamente na matriz austenítica e ela geralmente requer alta energia de interface para nucleação. Exames detalhados revelam

que, dependendo da temperatura de envelhecimento, partículas de fase σ se formam tanto nos sítios de nucleação do $M_{23}C_6$ quanto crescem a partir deles, os quais aparentemente se dissolvem. A temperaturas acima de $400^{\circ}C$, a fase σ nucleia-se em “triple points”(pontos triplos) sem indicação de formação anterior de $M_{23}C_6$. Depois de longos tempos de envelhecimento a fase σ está presente em forma de partículas massivas em contorno de grão, ou como partículas intragranulares volumosas, frequentemente exibindo-se em forma de agulhas⁽³¹⁾.

A temperatura de solubilização influi na cinética de precipitação da fase σ . São encontradas tendências de queda na formação da fase σ depois de altas temperaturas no tratamento de solubilização. Isso é relacionado com o tamanho de grão grosseiro associado ao longo caminho de difusão para os elementos de formação da fase σ até os contornos de grão, o que é confirmado por Barcik⁽³¹⁾.

Chastell e Flewitt⁽³²⁾ citam que a precipitação dos carbonetos $M_{23}C_6$ precede a formação da fase σ . Os átomos de carbono móveis, inicialmente, se combinam com o cromo e o molibdênio para formar carbonetos. Contudo, quando o carbono livre se esgota, a difusão do cromo dentro do grão austenítico causa a formação da fase σ ^(28 e 32). A formação desta fase, que é rica em cromo e dissolve pouco carbono em seu reticulado causa a dissolução de parte dos carbonetos adjacentes a ela. Além de extrair cromo dos carbonetos para sua formação, durante seu crescimento, a fase σ também retira cromo da matriz austenítica, o que causa um aumento de

solubilidade da matriz austenítica para o carbono, levando assim a uma completa dissolução dos carbonetos adjacentes a ela^(28 e 32).

2.6 A FASE η

O intermetálico hexagonal AB_2 , fase η tem sido identificado como o menor constituinte em vários aços inoxidáveis contendo molibdênio. A composição desta fase foi reportada como sendo Fe_2Mo ⁽²⁶⁾.

Em virtude de seu pequeno tamanho não espera-se que esta fase seja identificada por técnicas usuais de metalografia. Não foram encontradas literaturas relatando sua influência na resistência de aços inoxidáveis em elevada temperatura, creditando-se a esta fase um papel secundário na fluência de aços inoxidáveis.

2.7 A FASE χ

A fase χ possui estrutura cúbica de corpo centrado e sua composição é dada como $(Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10})$ ⁽²⁶⁾.

Não é esperado encontrar esta fase no aço em estudo em virtude de, de acordo com a literatura⁽²⁶⁾, o limite de temperatura inferior para a precipitação da fase χ ser de $815^{\circ}C$, tendo sido o limite superior de temperatura de trabalho do AISI 304 em análise de $750^{\circ}C$.

2.8 INFLUÊNCIA DA FASE σ NA RESISTÊNCIA A ELEVADAS TEMPERATURAS

Muitos artigos tem sido publicados relatando fragilidade em fluência devido a presença da fase σ . Em particular a fase σ tem sido citada como produtora de decoesão e conseqüente trincamento, mas este não deve ser o

único fator controlador da influência da fase σ na ductilidade de ligas metálicas.

De acordo com Morris⁽³³⁾, não podem haver dúvidas sobre a relação entre a presença da fase σ e a fragilidade. Esta fase é mostrada como uma fase de muito pouca coerência na austenita, tendo uma grande energia na interface e susceptibilidade para trincamento nesta interface. Mas cita-se que até mesmo o carboneto $M_{23}C_6$ não é totalmente coerente com a matriz austenítica. Assim é óbvio que outros fatores associados com a precipitação da fase σ contribuem para a perda de ductilidade.

A razão proposta para esta associação com fragilidade é a mudança na distribuição de partículas intergranulares que acompanha a precipitação da fase σ .

É sugerido que a precipitação da fase σ conduz a uma queda no teor de soluto substitucional e, conseqüentemente, a uma ressolubilização dos carbonetos menos estáveis precipitados primeiro. Visto que estes carbonetos são geralmente menores que as partículas de fase σ , a precipitação desta fase conduz a dissolução de partículas relativamente pequenas e densamente distribuídas, passando a partículas maiores distribuídas de forma mais espaçada. Essa distribuição espaçada conduz a uma menor restrição ao deslizamento de contorno de grão e a uma maior concentração local de tensões, sendo proposto que estes fatores conseqüentes podem ser mais importantes em causar perda na ductilidade do que a própria presença da fase σ ⁽³³⁾.

McMahon⁽³⁴⁾ em análise de trechos de tubulações de AISI 316 que trabalharam por 150000 horas em temperaturas da ordem de 610-650°C, relata que nas amostras foram encontradas, em adição a trincas intergranulares, grandes variedades de danos de fluência constituídos de cavidades associadas com partículas intergranulares de fase σ .

Em análises por espectroscopia eletrônica foram notados picos de enxofre na superfície de fratura e, como citado por Morris⁽³³⁾, McMahon⁽³⁴⁾ não credita a perda de ductilidade à simples presença da fase σ , tendo por esta razão investigado o papel do enxofre associado à presença da fase σ .

É sugerida a necessidade de um fator enfraquecedor da interface sigma/austenita para a nucleação de cavidades, pois a fase σ por si só não seria suficiente para propiciar esta nucleação.

Nesta investigação⁽³⁴⁾, cita Lai e Wickens⁽³⁵⁾ que, comparando a resistência à fluência de duas corridas de AISI 316, notaram fragilidade maior na corrida K, a qual possuía, praticamente, o dobro do teor de enxofre e a metade do teor de manganês da outra corrida. O manganês é o mais importante estabilizador do enxofre nos aços mas o cromo também pode servir para esta função.

Desde que a relação Cr : Mn é maior do que 20 : 1 no aço K, é possível que algum enxofre esteja inicialmente ligado ao cromo e, durante exposição a alta temperatura, a formação de carbonetos ricos em cromo do tipo $M_{23}C_6$ e fase σ podem, então, soltar ou liberar enxofre para regiões de contorno de grão. Este enxofre fragiliza a interface fase σ /austenita, particularmente se ele for liberado por partículas de fase σ em crescimento.

McMahon⁽³⁴⁾, ao citar Shinya et al.⁽³⁶⁾, salienta que a precipitação de AlN associado com fase σ em contorno de grão leva a iniciação prematura de trincas, sendo que isso ocorre para ligas de aços inoxidáveis austeníticos com teores de alumínio acima de 0.03% em peso.

Já Chastell e Flewitt⁽³²⁾ citam que a fase σ ao crescer empobrece a matriz de cromo e gera zonas de contorno de grão adjacentes a este intermetálico livres de precipitados de carbonetos, levando a um enfraquecimento localizado de regiões de contorno de grão e a uma queda na resistência à fluência da liga por nucleação de vazios nestas regiões.

2.9 FRATURA

Shinya et al.⁽³⁶⁾ estudaram mudanças nos mecanismos de fratura por fluência com o aumento no tempo para ruptura em aços inoxidáveis AISI 304 e 316, juntamente com a influência de mudanças microestruturais nas trocas dos mecanismos de fratura por fluência. Exames metalográficos de corpos de prova com períodos de ruptura superiores a 10 anos na faixa de temperatura de 600 a 800°C revelaram quatro tipos de mecanismos de fratura, sendo eles fratura transgranular de fluência, trincamento tipo cunha em pontos triplos, cavitação intergranular e trincamento devido a fase σ no contorno de grão.

Os resultados foram traduzidos em mapas de mecanismos de fratura por fluência, os quais indicam que as condições de operação de temperatura e tensão para estes aços em plantas de força de vapor estão localizadas dentro do campo de mecanismo de fratura de trincamento devido a fase σ .

A figura 11 mostra curvas de tensão por tempo de ruptura e campos de domínio de modos de fratura para duas corridas de AISI 304 em diversas temperaturas de ensaio, sendo que Shinya et al. ⁽²⁸⁾ notaram queda na tensão de ruptura com o tempo de ensaio para todas as nove corridas testadas, enfatizando que esta queda foi mais gritante para a corrida A.

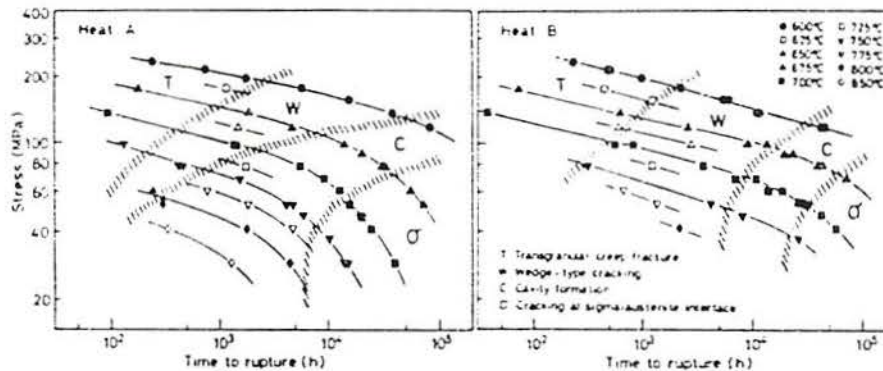


Figura 11 - Mecanismos de fratura por fluência para um AISI 304⁽³⁶⁾.

A acentuada queda na tensão de ruptura se dava quando se passava de cavitação intergranular para trincamento devido a fase σ .

Shinya et al. ⁽³⁶⁾ sugerem que o mecanismo de ruptura no campo de fratura transgranular e trincamento tipo cunha dependem da taxa de fluência e que o mecanismo de ruptura no campo de trincamento devido a fase σ é controlada principalmente por crescimento difusional de cavidades.

Eles conceituam o processo de trincamento devido a fase σ como segue:

- a) a fase σ precipita e cresce no contorno de grão;

b) cavidades de fluência nucleiam na interface entre o composto intermetálico e a matriz austenítica;

c) as cavidades de fluência crescem ao longo dos contornos de grão;

d) a fratura por fluência ocorre devido ao coalescimento das cavidades de fluência. A figura 12 mostra micrografias de danos de fluência que levam aos três modos de fratura em contorno de grão.

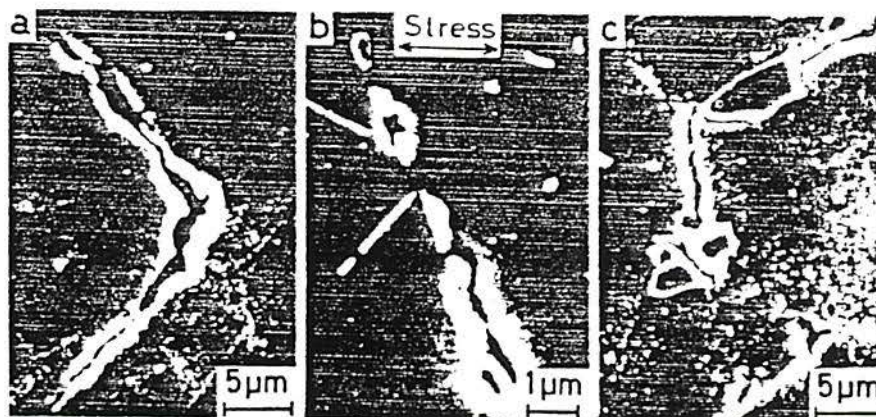


Figura 12 - Trincas e cavidades em contorno de grão observadas em um AISI 304 fraturado. a) 650°C, 117,7 MPa, tempo de ruptura 4680 h, trincas tipo cunha ; b) 700°C, 78,4 MPa, tempo de ruptura 5550 h, cavidades de fluência associadas com partículas de precipitadas em contorno de grão ; c) 700°C, 47,1 MPa, tempo de ruptura 19600 h, trincas na interface fase σ com austenita⁽³⁶⁾.

Já Mathew et al.⁽¹⁸⁾ citam que em altos níveis de tensão, quando as taxas de deformação são altas, altas ductilidades em ruptura são obtidas, sendo a falha transgranular.

A ductilidade em ruptura decai para níveis de tensão intermediários, desde que a ausência de precipitação intergranular facilita o escorregamento de contornos de grão levando a formação de trincas agudas em contorno de grão. Uma estrutura de grãos aproximadamente equiaxiais sugerindo falha intergranular por baixa ductilidade foi observada.

Com consideráveis quedas de tensões e consequentes maiores tempos envolvidos, precipitam-se finos carbonetos em contorno de grão reforçando-os contra o escorregamento, sendo que as grandes deformações implicam em fraturas transgranulares dúcteis.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIAIS

Os corpos de prova para todos os ensaios e análises realizados foram obtidos a partir de:

a) trechos de tubulações de aço inoxidável AISI 304 que operaram por mais de 10^5 horas em linhas de craqueamento catalítico em temperaturas da ordem de 650 a 750°C ;

b) trechos de tubulações deste aço AISI 304 usado, submetido a tratamentos de solubilização a 1100°C com dois períodos de tempo diferentes (10 e 30 minutos);

c) trechos de tubulações de dois lotes de aço AISI 304 novos (originais);

d) trechos de tubulações de aço AISI 304 novos que foram submetidos a um tratamento de envelhecimento na temperatura de 700°C por um período de tempo de 100 horas.

A tabela 1 apresenta a composição química dos três lotes de AISI 304 utilizados no trabalho, sendo “Us” o material exposto a serviço por mais de 10^5 horas, “N1” o primeiro lote de material novo e “N2” o segundo lote de material novo. A análise química foi realizada em um espectrômetro de emissão ótica.

Tabela 1 - Composição química dos lotes dos aços estudados (% em peso).

	C	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	S	P	Al
N1	0,048	18,9	9,04	0,59	1,6	0,38	0,012	0,0014	0,015
N2	0,08	18,5	8,5	0,52	0,94	0,1	0,002	0,034	0,001
Us	0,09	18,2	8,86	0,57	1,61	0,32	0,008	0,022	0,001

3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Serão apresentadas, a seguir, as técnicas para caracterização microestrutural utilizadas neste trabalho para a melhor identificação das partículas de segunda fase precipitadas no material em estudo.

3.2.1 Avaliação metalográfica

Foi realizada a preparação metalográfica das amostras para posterior observação em microscópio ótico e eletrônico de varredura. A preparação dos corpos de prova envolveu técnicas usuais de metalografia, visando a caracterização das diversas fases formadas durante o envelhecimento do aço inoxidável austenítico em estudo. Realizou-se dois tipos de ataques químicos em corpos de prova distintos, sendo estes tipos de ataques específicos para aços utilizados em regime de alta temperatura.

O primeiro tipo de ataque envolveu o uso de um reagente denominado solução 40 (ASTM E 407-5g FeCl₃, 15 ml HCl e 60 ml metanol)⁽³⁷⁾. Os corpos de prova foram imersos por períodos de tempo de 3 a 10 segundos na solução A, lavados em água e secos com jato de ar quente. A solução 40 tem como objetivo deixar as partículas de carbonetos esverdeadas, atacando também as partículas intermetálicas, mas não concedendo a elas coloração

aparente. Os tempos de imersão no reagente foram sendo aumentados a medida em que o tempo de ataque não era suficiente para delinear toda a estrutura desejada. Assim, para o caso do material envelhecido em serviço por exemplo, onde era desejado observar tanto os contornos de grão quanto os carbonetos e as fases intermetálicas precipitadas, optou-se em alguns casos por ataques iniciais fracos, observando-se determinada estrutura desejada e após prolongando-se o tempo de exposição ao reagente para que se delineasse outras estruturas que não haviam sido reveladas anteriormente, sendo que muitas vezes a estrutura antes delineada era “queimada”.

O segundo tipo de ataque envolveu o uso do reagente Solução 97 (ASTM E 407-45g KOH + 60 ml H₂O)⁽³⁷⁾. Este ataque foi realizado eletroliticamente com o uso de uma fonte de corrente contínua, sob um potencial de 2,5 V e um tempo de imersão de 15 a 20 segundos. É usual que este procedimento conceda uma cor marrom-avermelhada às fases intermetálicas e às partículas de carbonetos.

3.2.2 Difração de raios X em superfície metálica

Foi realizada uma avaliação dos componentes microestruturais do material envelhecido em serviço através de difração de raios X em um corpo de prova com dimensões de 15x15 mm por 2 mm de espessura, o qual sofreu tratamento de lixagem e polimento a nível metalográfico visando a obtenção de uma superfície polida e isenta de riscos. Para a obtenção dos padrões de difração foi utilizado um difratômetro Siemens D500, operando com tubo de cobre.

Para melhor filtragem da linha $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54178$), existe um monocromador de grafite que fica posicionado após a amostra. O intervalo angular escolhido foi de $35 \leq 2\theta \leq 60^\circ$. O passo angular foi de $0,01^\circ$ e foi usado um tempo de exposição por canal de 4 segundos.

3.2.3 Extração eletrolítica de precipitados

Quando da realização do procedimento de difração de raios X em superfície metálica do material envelhecido em serviço, torna-se evidente a presença da austenita através de seus picos característicos de difração. Contudo, para a melhor caracterização das fases precipitadas durante o envelhecimento, que se apresentam em menor quantidade e intensidade em comparação a austenita, optou-se por uma tentativa de extração das partículas de segunda fase da matriz austenítica, podendo assim ser realizada uma análise morfológica somente dos precipitados e uma nova análise de difração de raios X eliminando-se os picos característicos da austenita.

O fundamento químico para a extração de fases, em ligas contendo cromo, é de origem eletroquímica, uma vez que, dependendo do potencial elétrico aplicado a amostra metálica, pode ser possível observar uma maior ou menor dissolução de algum elemento de liga do aço.

Barcik et al.⁽³¹⁾ citam que o processo de extração eletrolítica depende em muito do tipo de eletrólito utilizado, já que dependendo de sua composição poderá ocorrer a extração seletiva de fases.

Padilha e Ambrozio⁽³⁸⁾ apresentam uma tabela sugerindo o tipo de eletrólito e o tempo de exposição ao ataque para dissolução seletiva de fases.

Tabela 2 - Dissolução seletiva de fases⁽³⁸⁾

fases presentes	reagentes	tempo	residuo insolúvel
NbC, VC, M ₂₃ C ₆ , Fe ₂ (W, Mo)	20% HCl	3 h	NbC, VC, Fe ₂ (W, Mo)
Fe ₂ Mo, TiN	37% HCl + 10% H ₂ SO ₄	2 h	TiC, TiN
TiC, TiB ₂ , Fe ₂ Ti	5 a 10% H ₂ SO ₄	1 a 1,5 h	TiC
Ni ₃ (Ti, Al), TiC, TiN, NiAl	5% H ₂ SO ₄	1 a 2 h	TiC, TiN
NbC, Fe ₂ Nb	40% HF	0,5 h	NbC
Fe ₂ W, σ	NH ₃ + oxálico + H ₂ NO ₃	0,25 a 1 h	σ
Fe ₂ W, CrN	HCl + H ₂ O ₂ + H ₂ O	1 h	CrN
M ₆ C, M ₂₃ C ₆ , Fe ₂ (Mo, W)	HCl + C ₂ H ₅ OH	3 a 4 h	M ₆ C, Fe ₂ (Mo, W)
Fe ₂ W, σ	HCl + C ₂ H ₅ OH	0,33 h	Fe ₂ W
NbC, M ₂₃ C ₆	ac. tartárico + H ₂ O ₂	2 h, 500C	M ₂₃ C ₆
M ₂₃ C ₆ , TiC, γ , σ	5% HgCl ₂ + 5% HCl	2 h	M ₂₃ C ₆ , TiC

Já Bystriansky et al., citados por Kwietniewski⁽²⁸⁾, que estudaram aços inoxidáveis contendo elementos adicionais, tais como titânio e nióbio, acreditam que quando da realização de um processo de extração eletrolítica de precipitados em aços inoxidáveis, o uso de uma solução de HCl em metanol como eletrólito poderá extrair todas as fases presentes na matriz austenítica.

Os corpos de prova para a extração eletrolítica foram lixados em lixa d'água até grão 1000 e desengraxados em acetona e álcool. A área dos

corpos de prova a serem protegidas do ataque foram cobertas por uma resina epóxi, isolando-se assim o fio de cobre, que serve apenas como um condutor de corrente, da solução utilizada como eletrólito (figura 13). Na extração eletrolítica, o material do qual se deseja extrair fases é chamado de eletrodo de trabalho.

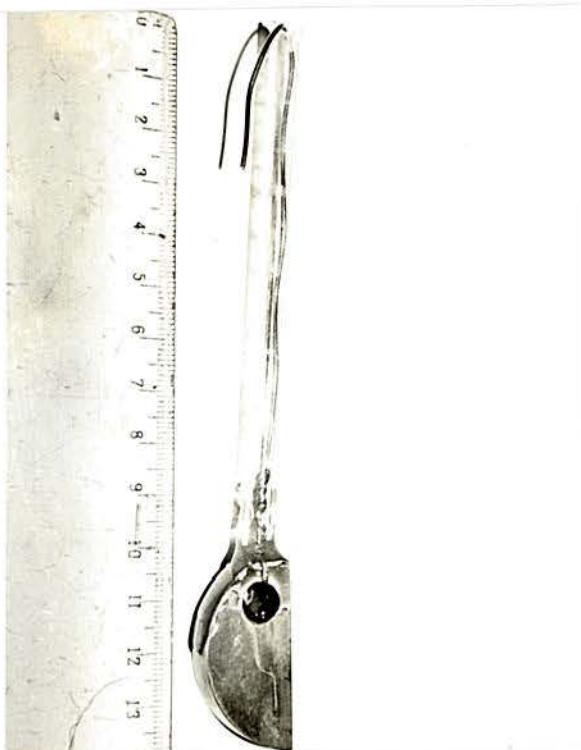


Figura 13 - Corpo de prova para extração eletrolítica.

A solução de extração utilizada foi de 10% HCl em metanol, sendo que para se aplicar um potencial de 1,5V em relação a platina, que neste ensaio desempenhou um papel de contraeletrodo e de eletrodo de referência (ver figura 14), foi utilizado um potenciostato modelo PG-05 da Omnimetra.

O processo de extração teve a duração de 5h à temperatura ambiente. Ao término da extração as partículas de precipitados ficaram depositadas no fundo da célula eletroquímica. A célula era levada, então, para ser

submetida a vibração ultrasônica de 60 Hz para que assim fossem retirados os precipitados restantes que estivessem levemente unidos ao corpo de prova. A seguir a solução era retirada da célula eletroquímica e os precipitados secos em uma estufa a temperatura de 50^oC durante 10 minutos. Este pó de precipitados seria destinado a difração de raios X.

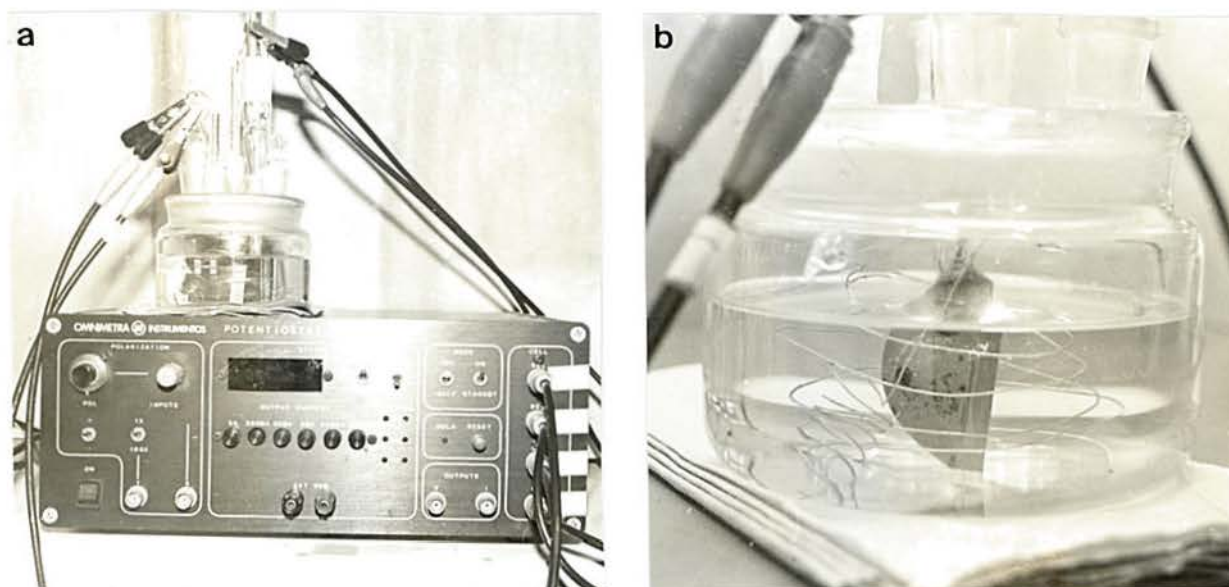


Figura 14 - Célula eletroquímica utilizada na extração eletrolítica de precipitados: a) visão geral, b) corpo de prova imerso no eletrólito.

Em virtude dos precipitados depositados no fundo da célula eletroquímica ficarem muito compactados entre si, optou-se pela filtragem da solução de eletrólito para que assim fosse possível uma análise morfológica dos precipitados com o uso de microscópio eletrônico de varredura.

Passou-se, então, a filtragem à vácuo dos precipitados suspensos na solução de HCl através de uma membrana de porosidade de 0,2 μm e, imediatamente após, procedeu-se sua secagem em estufa.

3.2.4 Difração de raios X em precipitados extraídos eletroliticamente

A avaliação por difração de raios X dos precipitados extraídos eletroliticamente foi realizada da mesma maneira pela qual foi feita a difração de raios X em superfície metálica. O intervalo angular escolhido foi de $4 \leq 2\theta \leq 60^\circ$ e as diferenças são que neste caso a superfície de análise é um pó de precipitados (pois eles foram extraídos da matriz austenítica), e o passo angular foi de $0,05^\circ$ com tempo de exposição por canal de 4 segundos.

3.2.5 Análise morfológica dos precipitados extraídos eletroliticamente

Realizaram-se análises em microscópio eletrônico de varredura marca Philips modelo XL-20 dos precipitados extraídos eletroliticamente submetidos ao processo de filtração, a fim de observar o aspecto morfológico destes.

Para tanto depositou-se uma fina camada de precipitados sobre um suporte e fez-se sua metalização através da deposição de uma fina película de ouro sobre a camada de precipitados, o que conferiu a aderência dos precipitados ao suporte e também uma maior nitidez ao microscópio.

Em adição a análise dos precipitados extraídos, realizou-se também a observação do corpo de prova para extração eletrolítica, após o ataque, em microscópio eletrônico de varredura. Observou-se, assim, os precipitados que ainda não tinham sido totalmente “descolados” da matriz austenítica, sendo que o objetivo desta análise foi o de confirmar a distribuição dos precipitados na matriz observada na metalografia.

3.3 CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova utilizados neste trabalho foram confeccionados de acordo com a norma da ASTM para métodos de teste para determinação de tenacidade à fratura de materiais metálicos (ASTM E 399 - 91)⁽²⁾. Em virtude de problemas de tamanho da câmara dos fornos onde seriam realizados os ensaios de resistência em temperatura elevada, optou-se por utilizar o corpo de prova do tipo “Compact Tension Disk-Shaped”⁽²⁾ ao invés do “Compact Tension” tradicional sugerido pela norma da ASTM para métodos de teste para medida de taxa de crescimento de trinca em fluência em metais (ASTM E 1457 - 92)⁽³⁹⁾, o qual possui as mesmas características do corpo de prova utilizado no trabalho, com diferença apenas em seu formato retangular.

A figura 15 apresenta o dimensionamento do corpo de prova utilizado neste trabalho.

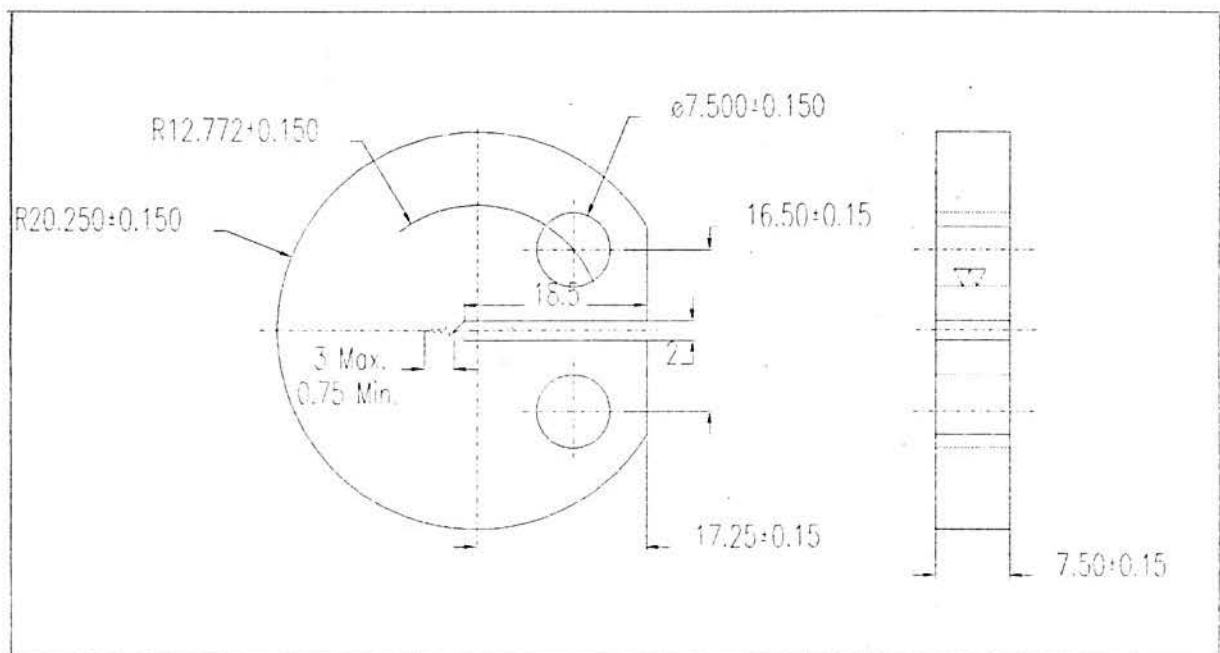


Figura 15 - Corpo de prova “Compact Tension Disk-Shaped” utilizado neste trabalho (cotas em mm).

A parte final do entalhe, mostrado na figura 15, possui apenas o efeito de um acumulador de tensões para a posterior nucleação da pré-trinca de fadiga. Assim, neste trabalho, optou-se por utilizar um corte feito com uma serra diamantada de 0,3 mm de espessura, observando-se as especificações de comprimento total de trinca citadas na referência [2].

A opção pelo uso de corpos de prova pré-trincados, os quais simulam defeitos ocorridos em linhas de trabalho normais, vem de encontro as atuais tendências de dimensionamento de componentes estruturais baseados em ensaios da mecânica da fratura, os quais levam em conta a presença de defeitos nucleados em serviço nos materiais de aplicação industrial

3.3.1 Pré trincamento em fadiga

A máquina utilizada para a abertura das pré-trincas de fadiga nos corpos de prova consiste, basicamente, de um motor elétrico que transmite movimento para um eixo excêntrico, ao qual são acoplados dois cilindros excêntricos reguláveis (um em relação ao outro e ao eixo). Na carcaça inferior da máquina existem dois fusos laterais, aos quais é acoplado um barramento superior, tendo este barramento a função de apoiar o corpo de prova quando da abertura da pré-trinca.

Quando o eixo e os dois excêntricos estão alinhados entre si obtém-se a flecha máxima de deslocamento para a máquina.

A figura 16 mostra o esquema de fixação na máquina para um corpo de prova “apoiado em três pontos”⁽²⁾.

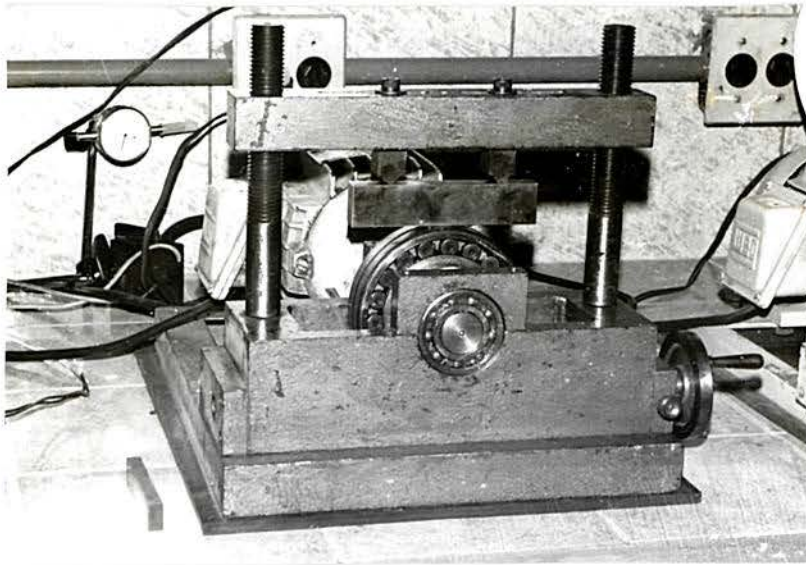


Figura 16 - Abertura de pré-trinca de fadiga em corpo de prova “apoiado em três pontos”.

Este tipo de corpo de prova é de mais fácil confecção e é comumente usado para ensaios de tenacidade à fratura em temperatura ambiente. Em virtude da necessidade do uso do corpo de prova “Compact Tension Disk-Shaped”⁽²⁾ foi necessário projetar um dispositivo para adaptação deste corpo de prova à máquina de fadiga. A figura 17 mostra o desenho de conjunto da fixação do corpo de prova ao dispositivo.

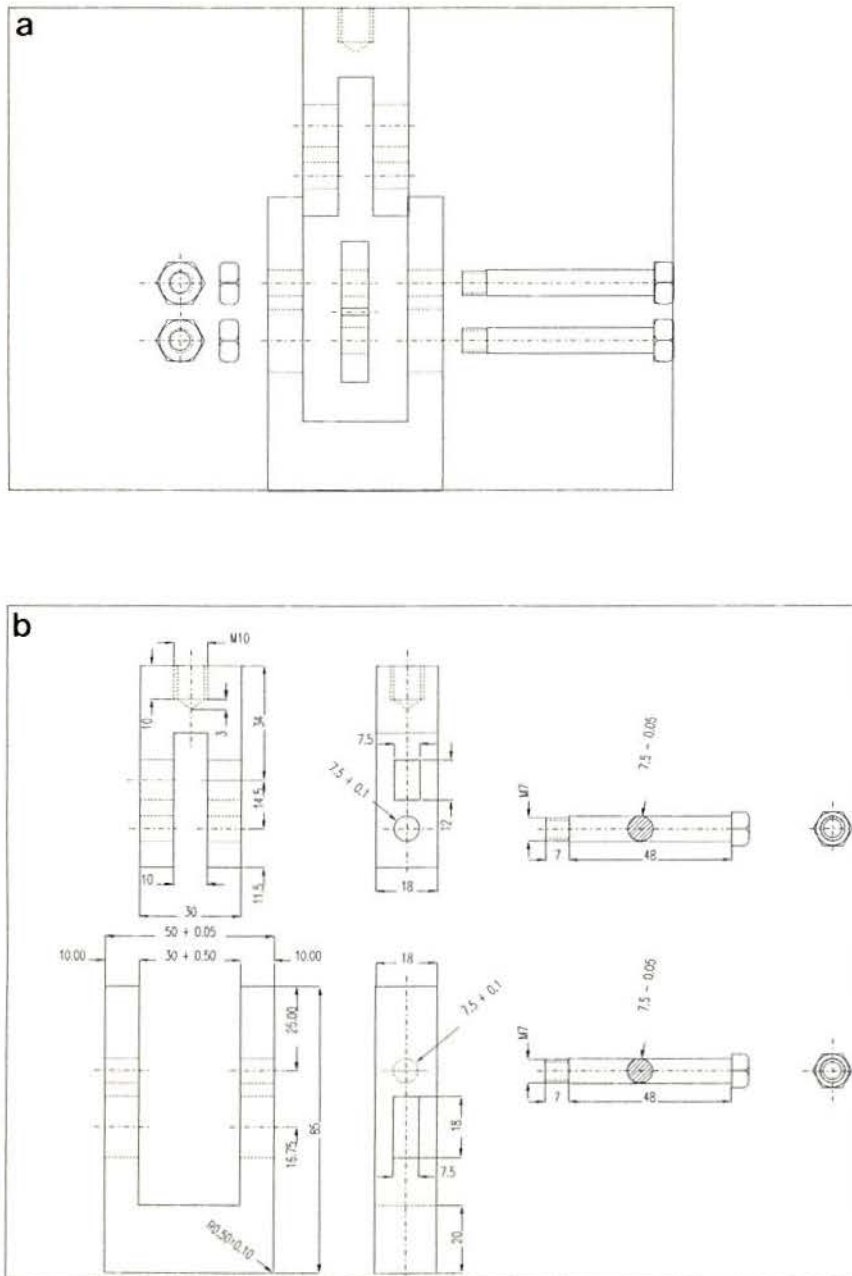


Figura 17 - a) desenho de conjunto da fixação do corpo de prova ao dispositivo para abrir trincas de fadiga, b) dimensionamento do dispositivo(cotas em mm).

A figura 18 mostra a fixação de todo o conjunto à máquina de fadiga.

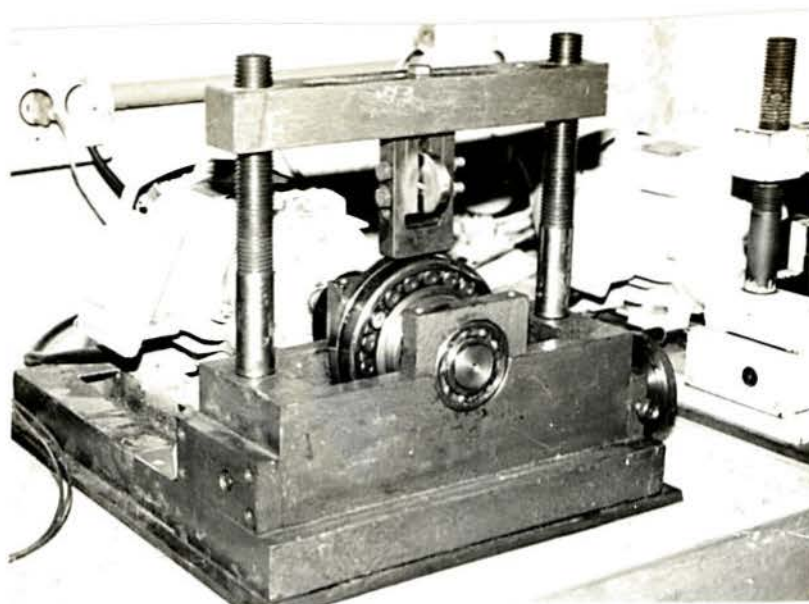


Figura 18 - Fixação do corpo de prova e dispositivo à máquina de fadiga.

Para todos os corpos de prova as pré-trincas de fadiga ficaram de acordo com as especificações de paralelismo e comprimento citadas na ASTM E 399 - 91⁽²⁾.

3.4 TRATAMENTO DE ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL

Com o intuito de analisar a influência tão somente da precipitação de carbonetos na resistência a temperaturas elevadas do aço AISI 304, procedeu-se um tratamento de envelhecimento artificial nas amostras de aços novos.

O tratamento foi realizado mediante a exposição dos corpos de prova a uma temperatura de 700^oC por um período de tempo de 100 horas que, de acordo com a literatura^(26, 32 e 36), se encontra dentro da faixa tempo x temperatura na qual, para o aço em questão, irá ocorrer a precipitação somente de carbonetos do tipo M₂₃C₆.

O tratamento foi realizado com o material já usinado em sua forma final e com o pré-trincamento em fadiga já realizado.

3.5 TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO

Realizou-se um tratamento térmico de solubilização nas amostras de AISI 304 envelhecidos em serviço com a intenção de analisar o efeito da dissolução de fases (total ou parcial) na resistência do material.

O tratamento foi realizado mediante a exposição dos corpos de prova usinados e pré-trincados a uma temperatura de 1100^oC durante dois períodos de tempo, sendo estes de 10 e 30 minutos. Visto que, em um forno comum, o material exposto a este nível de temperatura estaria exposto a uma atmosfera oxidante, optou-se por realizar tal tratamento em banho de sais, mais precisamente cloreto de bário.

Normalmente o resfriamento no tratamento térmico de solubilização é realizado em água, mas em vista das pequenas dimensões dos corpos de prova em questão, um resfriamento ao ar apresenta-se suficiente.

A escolha da temperatura e do tempo de exposição ao tratamento foram baseados em dados da literatura^(16, 24 e 28), sendo que os tempos escolhidos foram menores que os sugeridos para a dissolução completa das fases.

3.6 DUREZA BRINELL (HB)

Foram realizadas medidas de dureza Brinell (HB) em corpos de prova pertinentes a todas as cinco situações de trabalho estudadas. As medidas foram realizadas com aplicação de carga de 187,5 Kg e esfera de aço de 2,5 mm de diâmetro. Foram feitas três medidas de dureza em cada corpo de prova, sendo que o resultado final apresenta-se como uma média das três medidas.

3.7 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TEMPERATURA ELEVADA

Os corpos de prova foram ensaiados sob condição de aplicação de carga constante a uma temperatura de 600^oC. Os ensaios seguiram as especificações da ASTM E 1457 - 92⁽³⁹⁾, a qual sugere que a temperatura seja controlada em $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

Como parâmetro de comparação usou-se um fator inicial de intensidade de tensões aplicado à ponta da trinca $K[\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}]^{(2)}$, visando avaliar o comportamento de cada tipo de situação de trabalho do material estudado em um mesmo nível de intensidade de tensões inicial aplicado.

O parâmetro K é definido na literatura⁽²⁾ como segue:

$$K = PY/10^5BW^{0.5}, \text{ onde:}$$

P = carga [Kgf];

B = espessura do corpo de prova [m];

W = largura do corpo de prova [m];

Y = $f(a/W)$;

a = comprimento da trinca[m].

No procedimento de teste eram feitos acompanhamentos do deslocamento da linha de aplicação da carga em função do tempo de ensaio decorrido.

3.7.1 Máquina de teste de resistência em temperatura elevada

Foi utilizada uma máquina de fabricação alemã da marca Leipzig. Esta constitui-se de três postos de trabalho, sendo os controles de temperatura e o sistema de deposição de carga independentes para cada posto. Foi acoplado um controlador de temperatura da marca Novus, com disponibilidade de controle independente de temperatura para até quatro

postos de trabalho, para que assim se obtivesse um controle mais preciso da temperatura durante o período de aquecimento e o período de teste.

A figura 19 mostra a máquina durante a realização de três ensaios concomitantes.

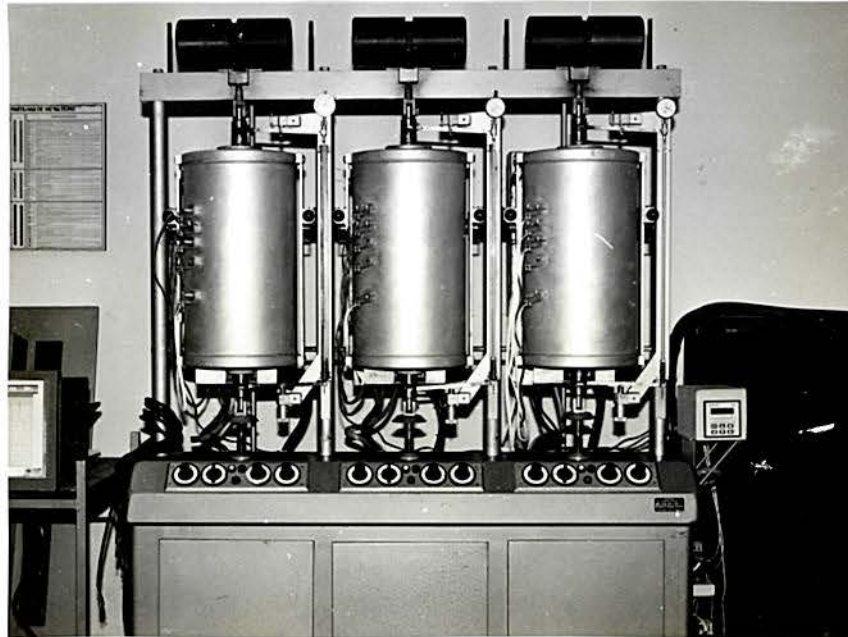


Figura 19 - Máquina para testes de fluência.

Para a realização do ensaio, os corpos de prova são pinados a um sistema de garras, as quais são fixadas ao sistema de deposição de carga da máquina, como é mostrado na figura 20.



Figura 20 - Sistema de fixação do corpo de prova.

O sistema para aplicação de carga consiste de dois pratos nos quais são colocados pesos, sendo que estes são multiplicados para o valor de carga efetiva aplicada ao corpo de prova através de um sistema de braço de alavanca com a proporção de 33 : 1.

A figura 21 mostra o sistema de aplicação de carga ao corpo de prova.

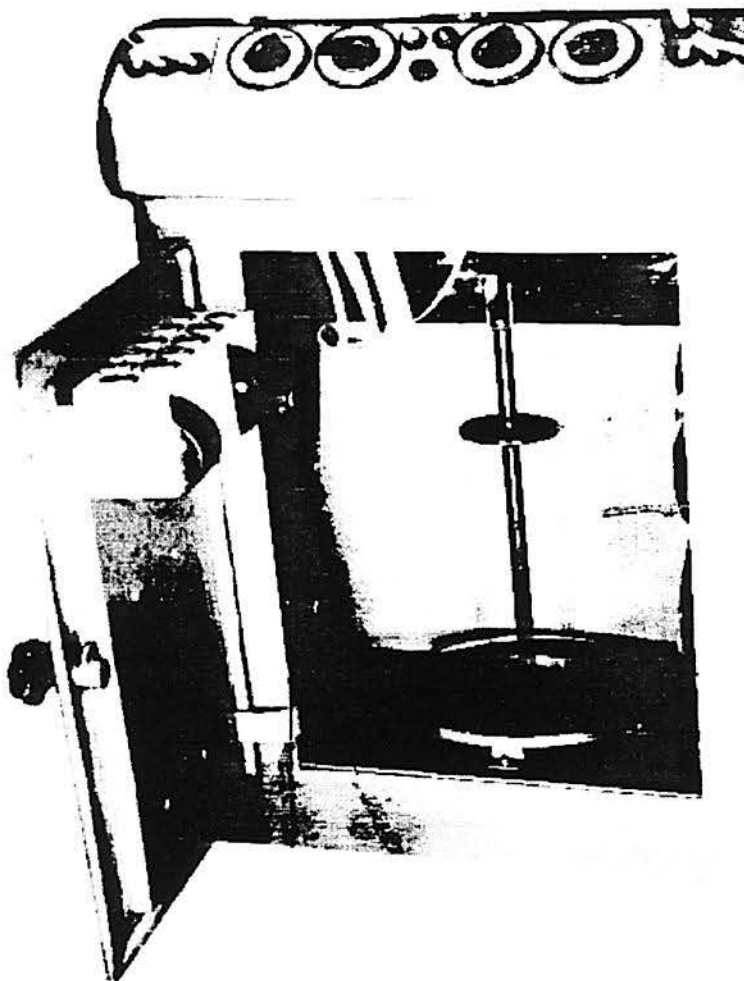


Figura 21 - Sistema de aplicação de carga ao corpo de prova.

No meio das garras da máquina (figura 20) foram adaptados cristais de quartzo, os quais possuem perfeita estabilidade estrutural a estes níveis de temperatura. Estes cristais ficavam, em uma de suas extremidades, em contato com as garras nas quais eram pinados os corpos de prova e, na outra extremidade, em contato com braços metálicos que estavam conectados com um relógio comparador analógico, sendo permitida assim a leitura periódica do deslocamento da linha de aplicação da carga quando da deformação do corpo de prova.

A figura 22 mostra a forma de fixação do sistema de medição de deslocamento da linha de aplicação de carga.

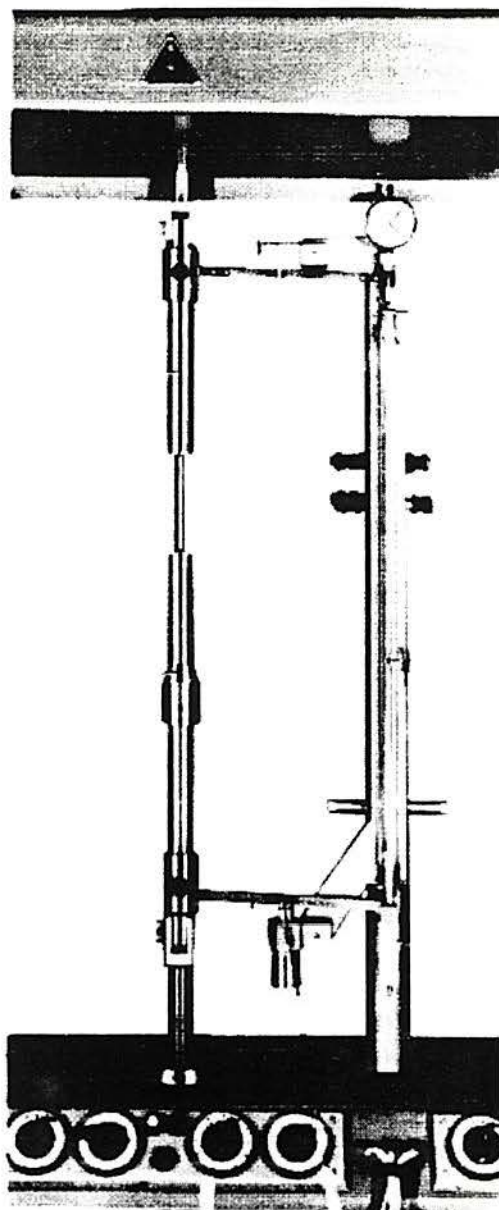


Figura 22 - Fixação do sistema de medição ao conjunto de garras.

3.7.2 Garras

Inicialmente optou-se pelo desenho de garras sugerido pela literatura⁽²⁾, sendo que o material destas garras foi especificado⁽³⁹⁾ como qualquer material que possuísse estabilidade estrutural a elevadas temperaturas, optando-se no caso pelo mesmo material de teste (AISI 304).

A figura 23 apresenta o dimensionamento inicial das garras.

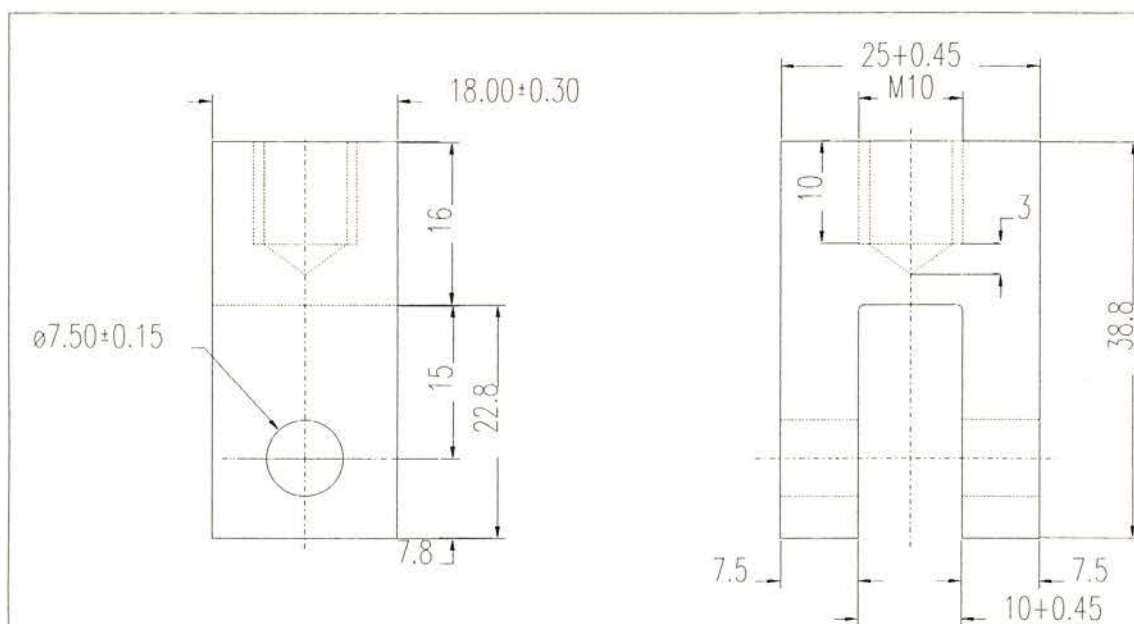


Figura 23 - Dimensionamento inicial das garras(cotas em mm).

Pela razão de esta geometria não poder ser acoplada diretamente as garras originais da máquina, surgiu a necessidade de se fazer um dispositivo de acoplamento.

A figura 24 apresenta o desenho do dispositivo de acoplamento.

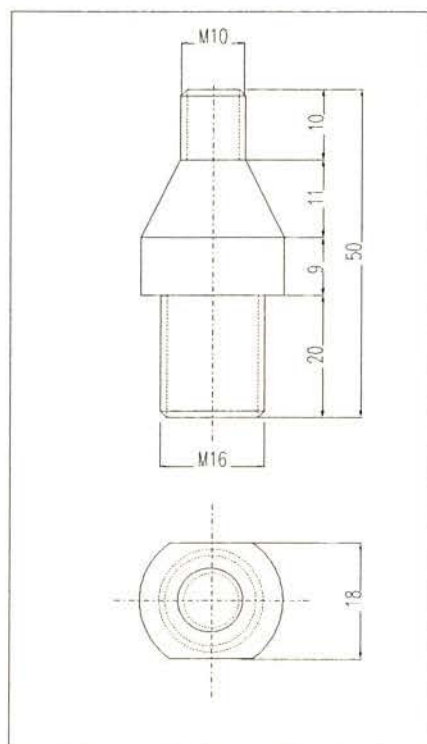


Figura 24 - Desenho do dispositivo de acoplamento(cotas em mm).

Este projeto inicial apresentou problemas por desgaste na rosca de menor bitola do dispositivo de acoplamento. Assim passou-se para um novo desenho de garras com as mesmas características da garra anterior, mudando apenas o fato de agora o acoplamento às garras originais da máquina ser direto.

A figura 25 apresenta o novo dimensionamento das garras.

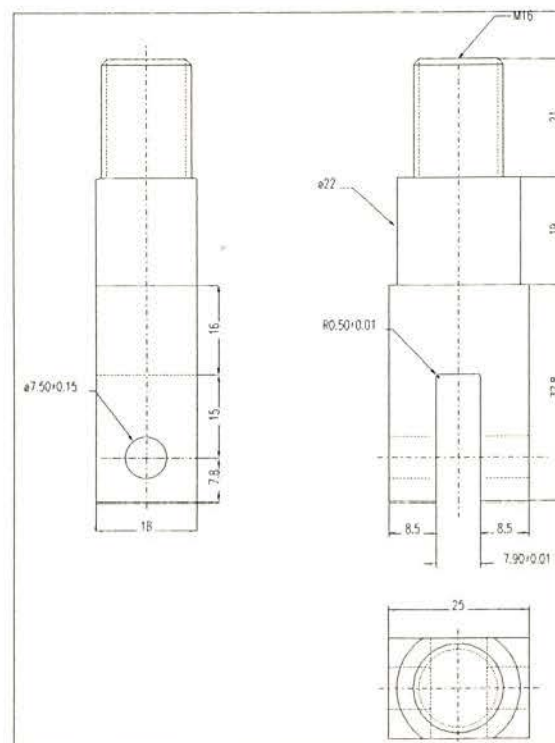


Figura 25 - Novo dimensionamento de garras(cotas em mm).

Quando da opção pelo uso de AISI 304 para o material das garras acreditava-se que, por o corpo de prova possuir uma pré-trinca de fadiga como intensificador de tensões, não ocorreria nenhum tipo de alteração dimensional das garras.

Procederam-se, então, dois ensaios com estas garras e com pinos de aço rápido com aproximadamente 20 HRC de dureza. Após estes ensaios verificou-se que havia ocorrido um aumento considerável no “vão livre” das

garras (figuras 23 e 25) e, em adição, foi constatada a flambagem dos pinos com flechas de mais de 2 mm.

A seguir foram confeccionadas novas garras, nas quais diminuiu-se o “vão livre” para 7,9 mm, na tentativa de evitar assim a flambagem dos pinos. Utilizou-se o H 12 (aço ferramenta para trabalho a quente) como material para estas garras, em vista de sua maior resistência mecânica.

Procedeu-se então um novo grupo de testes utilizando pinos de metal duro (carbeto de tungstênio), escolha baseada em sua grande resistência ao cisalhamento.

Os testes foram inválidos pela razão de que o metal duro possui alta susceptibilidade à oxidação em altas temperaturas.

A figura 26 demonstra o efeito da dissolução em alta temperatura nos pinos de metal duro, citando-se que em virtude desta dissolução ocorreu deformação das garras e uma diminuição no diâmetro dos pinos de 7,4 mm para algo em torno de 2 mm.

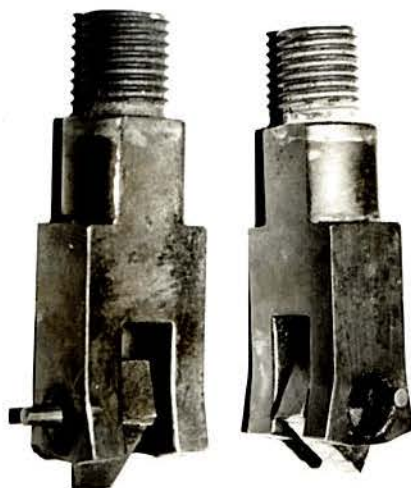


Figura 26 - Aspecto das garras após a dissolução em alta temperatura dos pinos de metal duro.

Finalmente procedeu-se o uso de pinos de aço rápido temperados, os quais após o tratamento térmico apresentavam dureza em torno de 45 HRC. Este último procedimento foi o que conferiu maior confiabilidade às medições de deslocamento de linha de aplicação de carga, visto que qualquer um dos problemas acima citados interferem em sua exata quantificação.

3.8 FRACTOGRAFIA

Todas as superfícies de fratura, após os ensaios de resistência à temperatura elevada, foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Foi executada uma limpeza através de exposição à vibração ultrasônica das superfícies de fratura imersas em éter e acetona, a fim de retirar resíduos e óxidos destas superfícies.

Procede-se, então, a metalização da superfície metálica, ou seja, deposição de uma fina camada de ouro para conferir maior resolução das imagens ao microscópio.

Em todas as superfícies foram conservadas as pré-trincas de fadiga, permitindo definir a região de início de propagação de trinca, visto que a região de propagação estável da trinca é a que mais interessa em termos de definição de mecanismos de fratura.

O objetivo maior das análises fractográficas realizadas foi o de tentar, na medida do possível, correlacionar os tipos de fratura observados com a presença de fases formadas durante o envelhecimento com o estado microestrutural do material em estudo.

4. RESULTADOS

4.1 AVALIAÇÃO METALGRÁFICA

No capítulo a seguir serão apresentadas as metalografias de todas as situações de trabalho do AISI 304 em estudo. Serão apresentadas em sequência as metalografias obtidas em microscópio ótico e, após, as obtidas em microscópio eletrônico de varredura.

No primeiro caso (metalografias em microscópio ótico) serão mostrados os aspectos obtidos com os dois tipos de ataque citados no item 3.2.1. Já no segundo caso, em virtude das metalografias obtidas no microscópio eletrônico serem de tonalidade preta e branca, não serão feitas distinções entre o tipo de ataque utilizado.

Especificamente para o material novo optou-se por realizar-se somente um tipo de ataque químico, pois seu objetivo é simplesmente delinear a estrutura austenítica, não havendo assim a necessidade de mostrar diferenças de tonalidade na metalografia.

A figura 27 mostra o aspecto metalográfico do material novo.

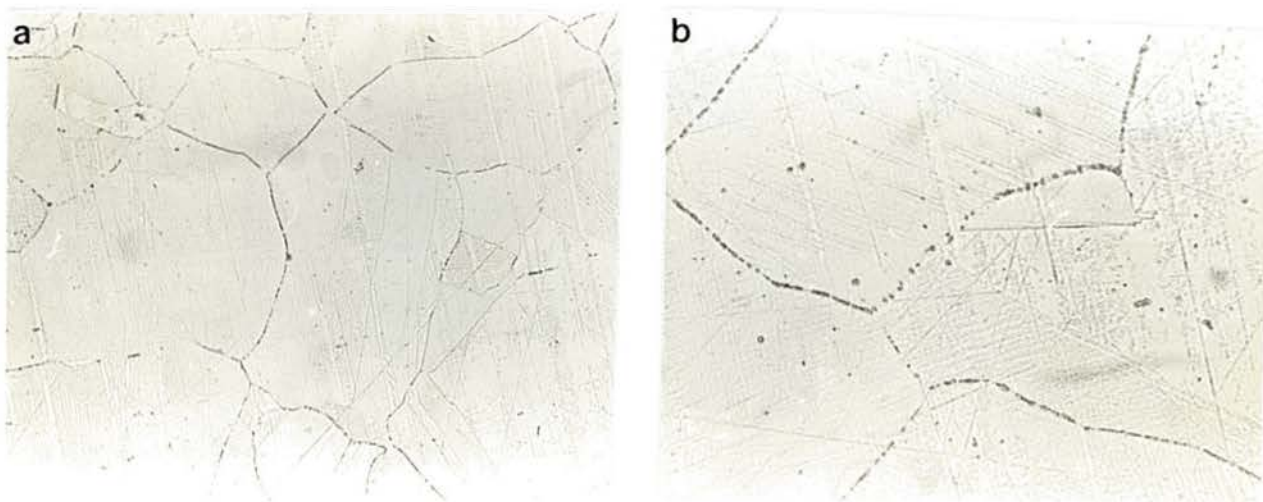


Figura 27 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 novo, Solução A -5g FeCl_3 , 15 ml HCl e 60 ml de metanol(6 seg.) : aumentos: a)200X, b)500X.

As figuras 28, 29 e 30 apresentam as metalografias para o material que foi envelhecido artificialmente.



Figura 28 - Aspecto metalográfico para o aço AISI 304 envelhecido artificialmente, Solução A -5g FeCl_3 , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumento: .500X.

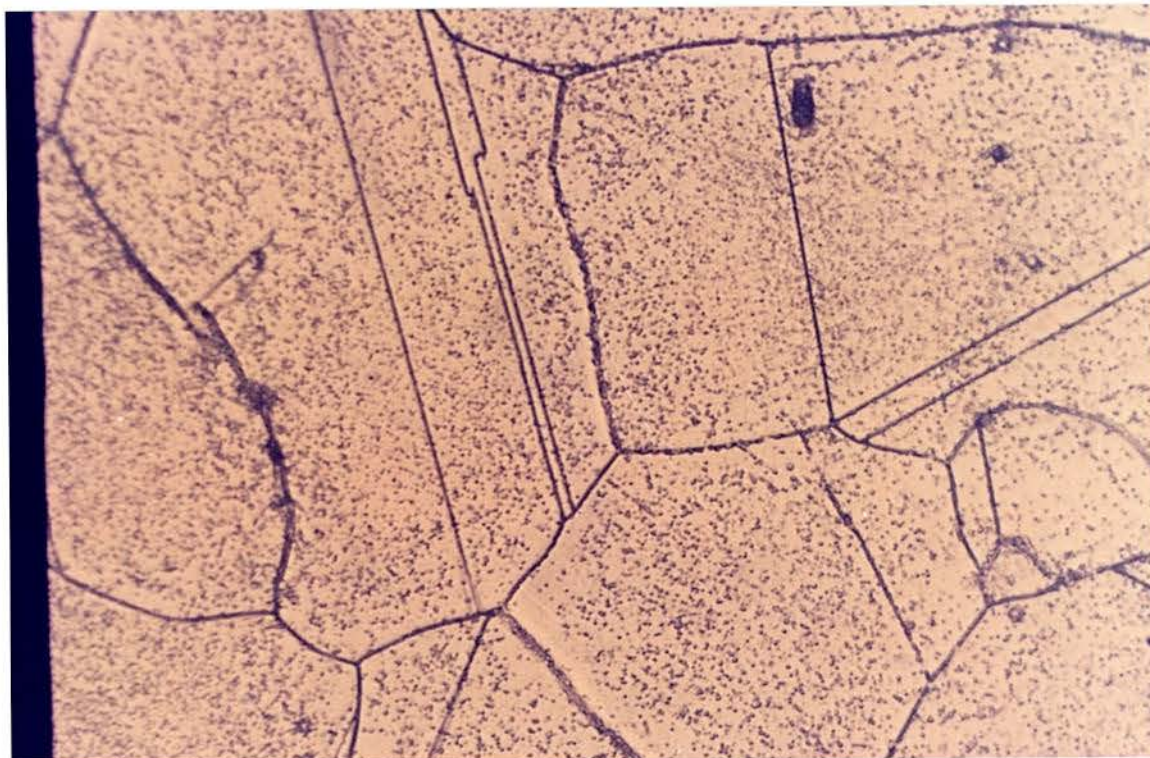


Figura 29 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 envelhecido artificialmente, Solução 97 - 45 g KOH e 60 ml H₂O, eletrolítico (15 seg) : aumento: 500X.

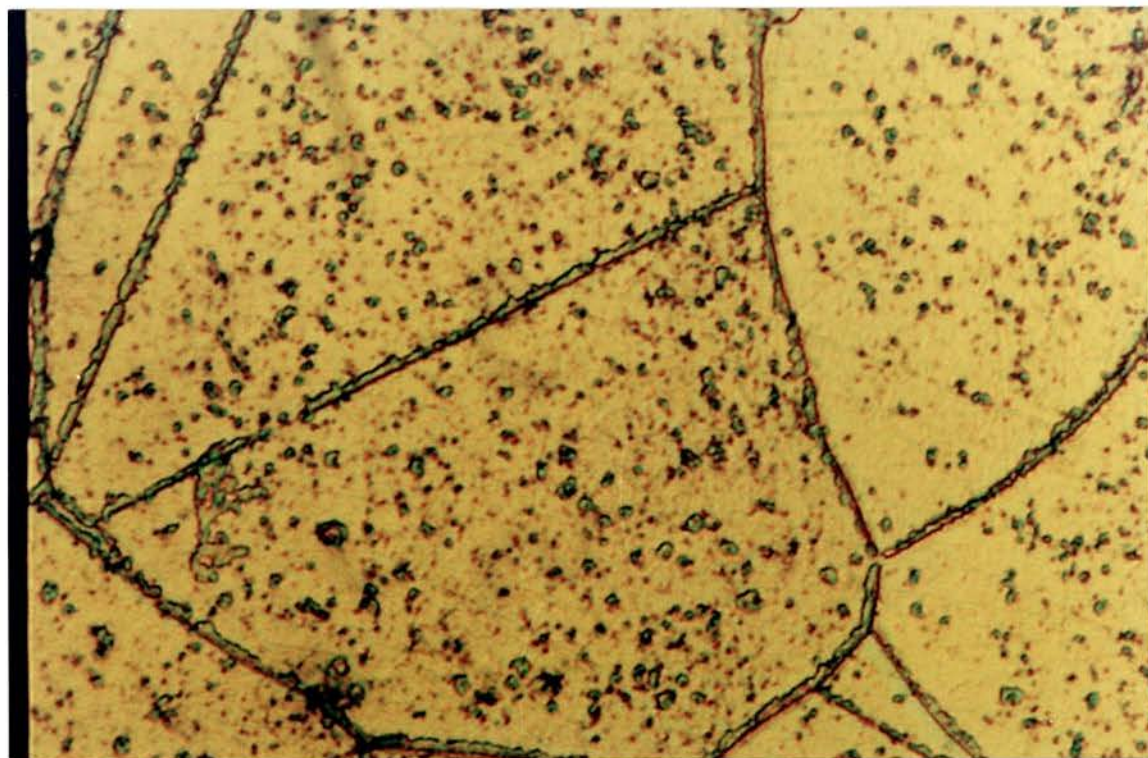


Figura 30 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 envelhecido artificialmente, Solução A - 5g FeCl₃, 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumento: 1000X.

Percebe-se, em ambos os tipos de ataque, a intensa precipitação tanto inter quanto intragranular de carbonetos sem ser detectada a presença de partículas intermetálicas.

Para o primeiro tipo de ataque os carbonetos possuem uma cor esverdeada, sendo que para o segundo tipo eles possuem tonalidade marrom avermelhada.

As figuras 31, 32 e 33 apresentam as metalografias para o material usado (envelhecido em serviço), sendo elas em sequência de 200, 500 e 1000 aumentos.

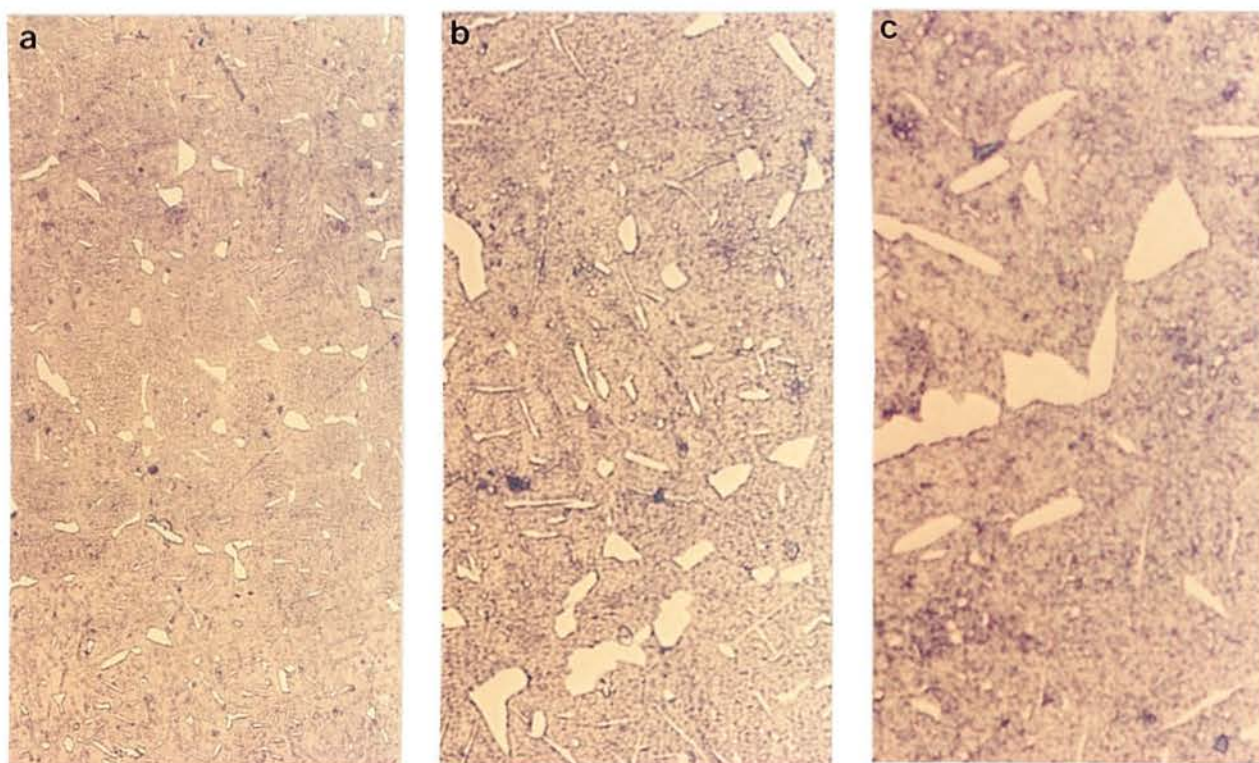


Figura 31 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado, Solução A -5g FeCl_3 , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (3 seg.) : aumentos: a) 200X, b) 500X, c) 1000X.

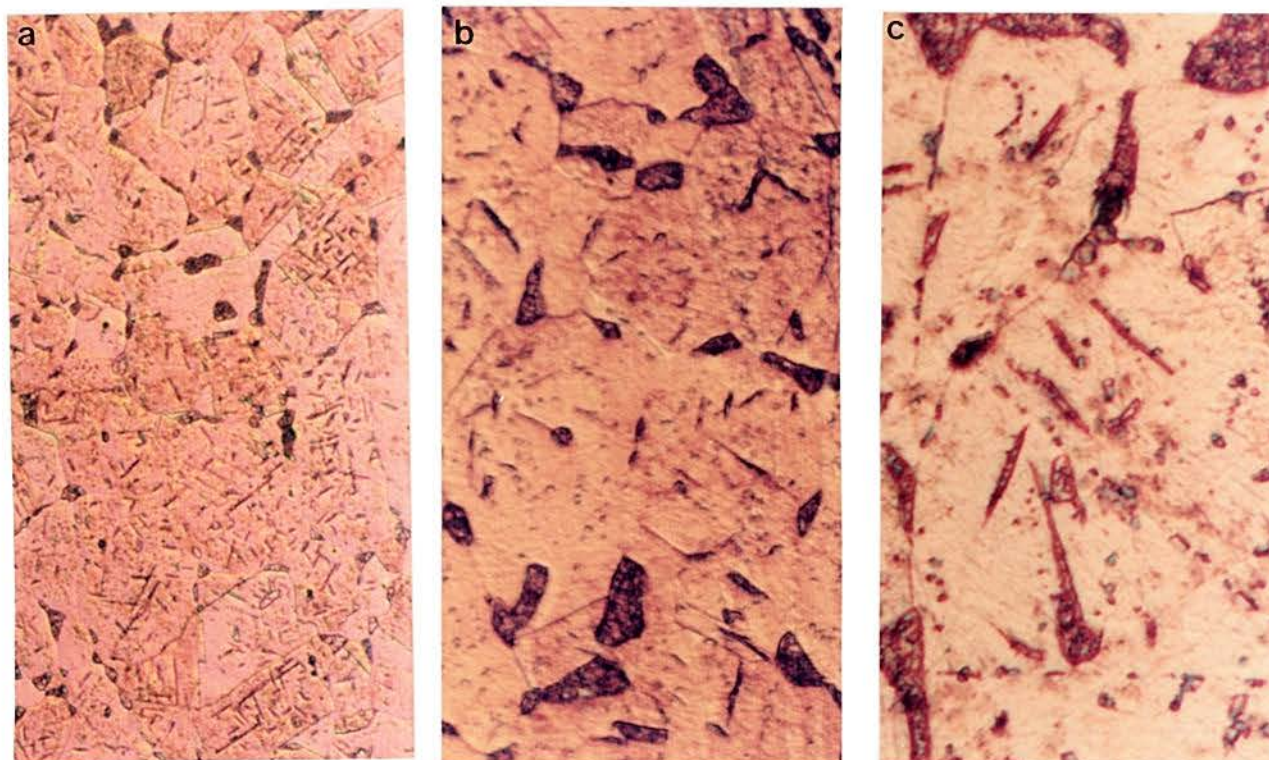


Figura 32 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado, Solução A -5g FeCl_3 , 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumentos: a) 200X, b) 500X, c) 1000X.

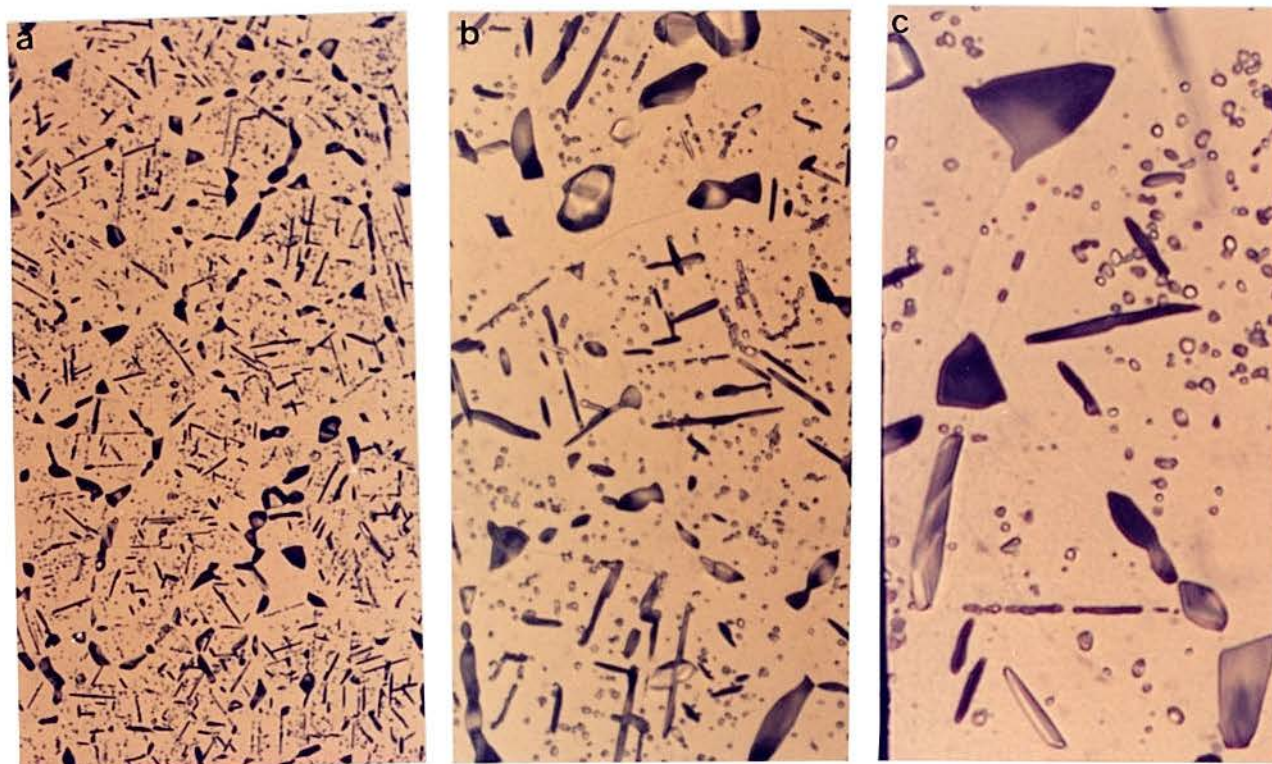


Figura 33 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado, Solução 97 -45 g KOH e 60 ml H_2O , eletrolítico (15 seg) : aumentos: a) 200X, b) 500X, c) 1000X.

Na figura 31 apresenta-se as partículas de fase σ atacadas de uma forma na qual não possuem coloração aparente, tendo sido os carbonetos fracamente atacados. O contorno de grão austenítico não foi revelado nesta metalografia.

Na figura 32 o ataque foi mais prolongado, ocorrendo assim uma “queima” das partículas de fase σ , conferindo uma tonalidade esverdeada aos carbonetos. Neste ataque pode-se distinguir o contorno de grão austenítico.

Na figura 33 o ataque eletrolítico conferiu uma tonalidade marrom avermelhada à fase σ e aos carbonetos, não tendo sido também revelado o contorno de grão austenítico.

Analisando-se as figuras 31, 32 e 33 percebe-se que a fase σ precipitou-se em pontos triplos de contornos de grão em forma de partículas massivas com aspecto triangular, em contornos de grão normais como partículas massivas seguindo os contornos e intragranularmente em forma de agulhas.

Os carbonetos estão presentes em menor quantidade em contorno de grão do que dentro da matriz austenítica, sendo que as regiões adjacentes à fase σ de contorno de grão apresentam-se, em geral, completamente livres de precipitação intergranular de carbonetos, enquanto que isto não é verificado nas regiões adjacentes à fase σ intragranular.

A figura 34 apresenta metalografias para o material usado que foi submetido a tratamento de solubilização por 10 minutos.

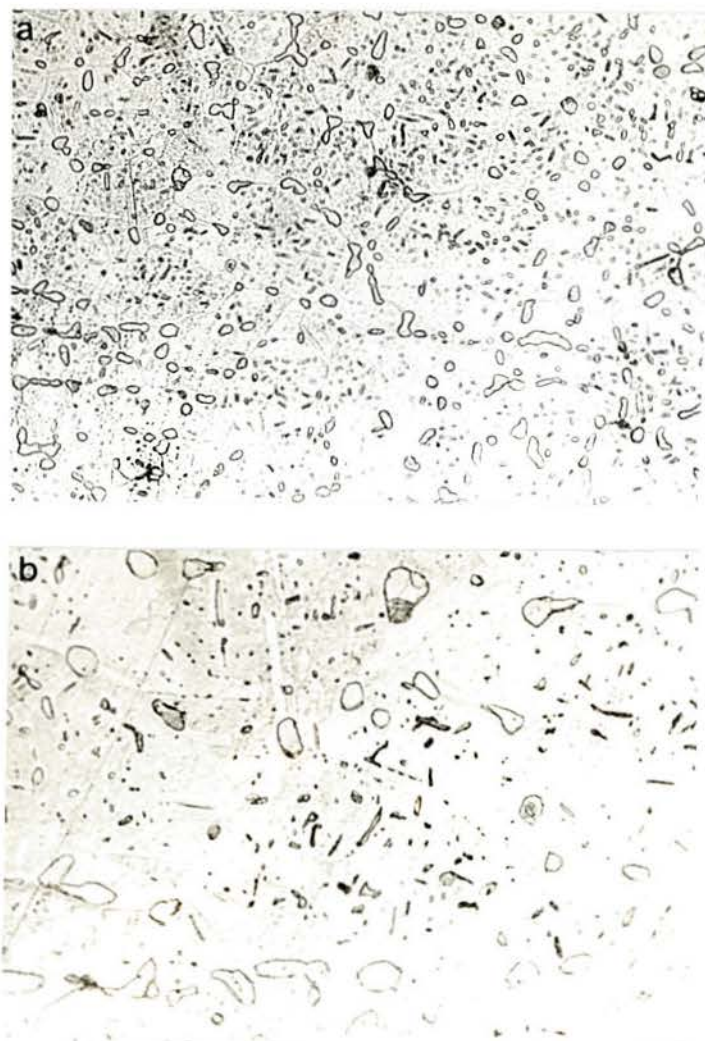


Figura 34 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 10 min., Solução A -5g FeCl₃, 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumentos: a) 200X, b) 500X.

Comparando-se esta figura com as figuras 31, 32 e 33 nota-se um arredondamento das partículas intergranulares de fase σ , uma diminuição de tamanho das partículas de fase σ intragranulares, uma dissolução quase total dos carbonetos precipitados em contorno de grão e uma dissolução bastante considerável dos carbonetos intragranulares.

As figuras 35, 36 e 37 apresentam metalografias do usado submetido à tratamento de solubilização por 30 minutos.

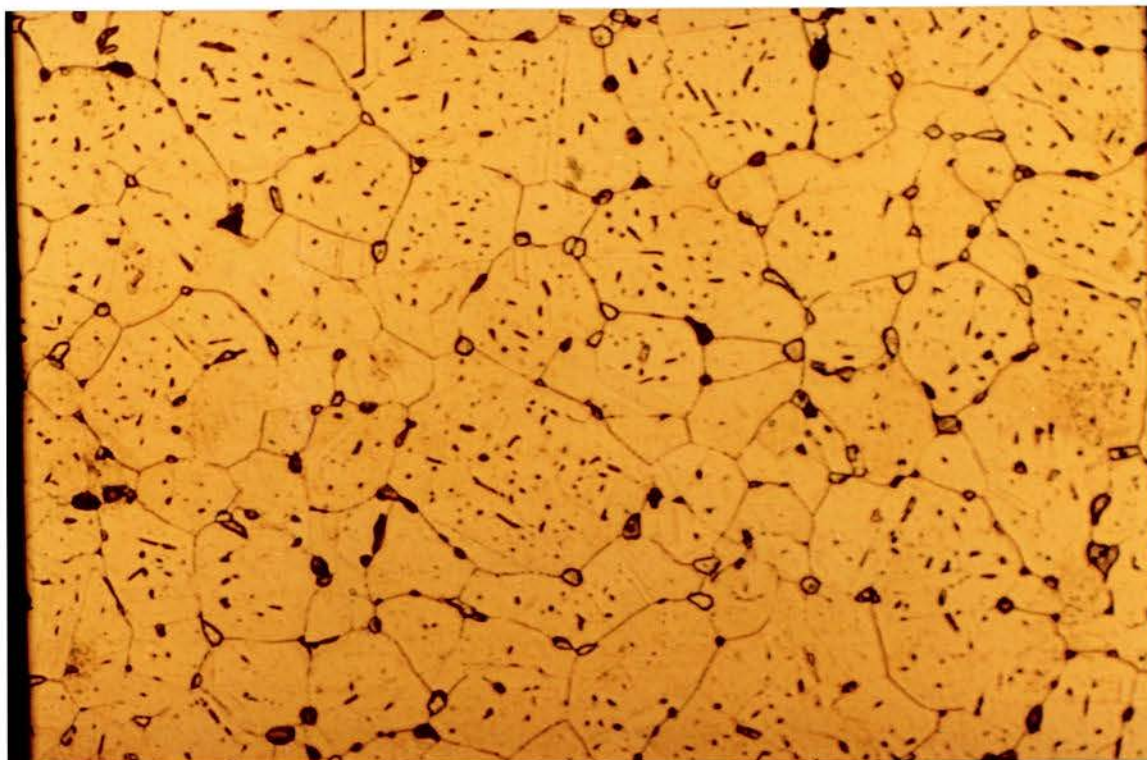


Figura 35 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min., Solução 97 -45 g KOH e 60 ml H₂O, eletrolítico (15 seg) : aumento: 200X.

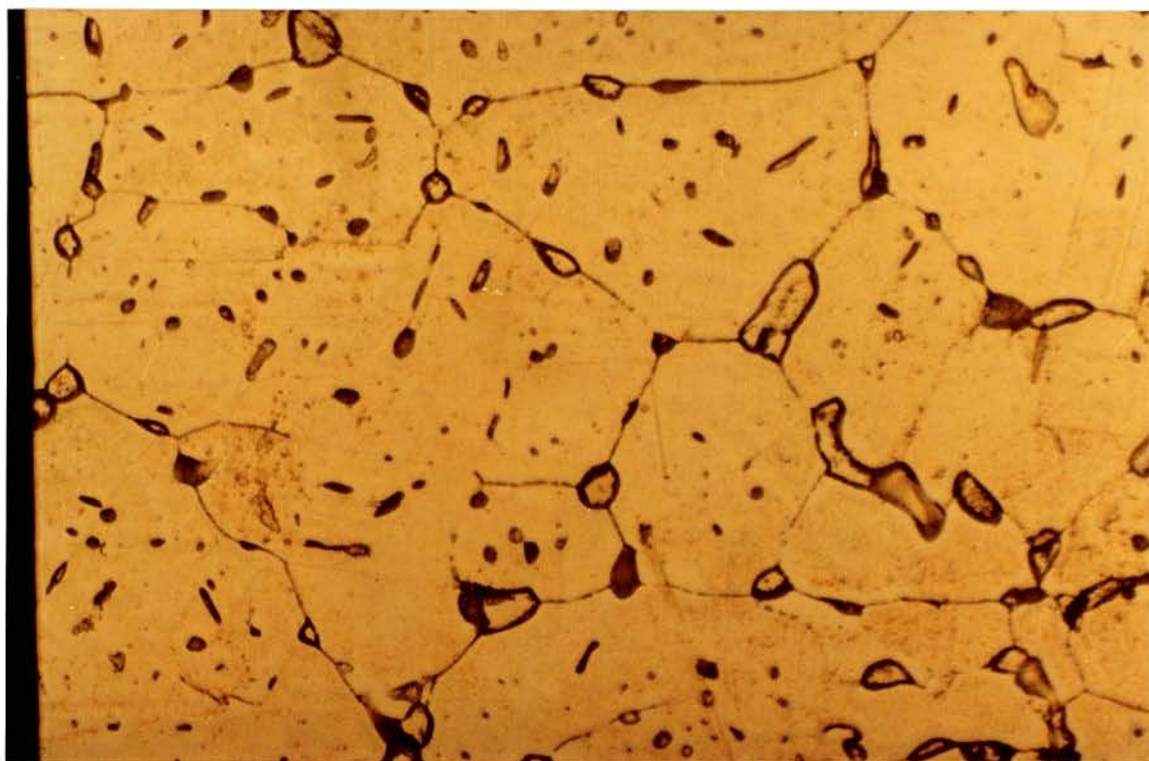


Figura 36 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min., Solução 97 -45 g KOH e 60 ml H₂O, eletrolítico (15 seg) : aumento: 500X.

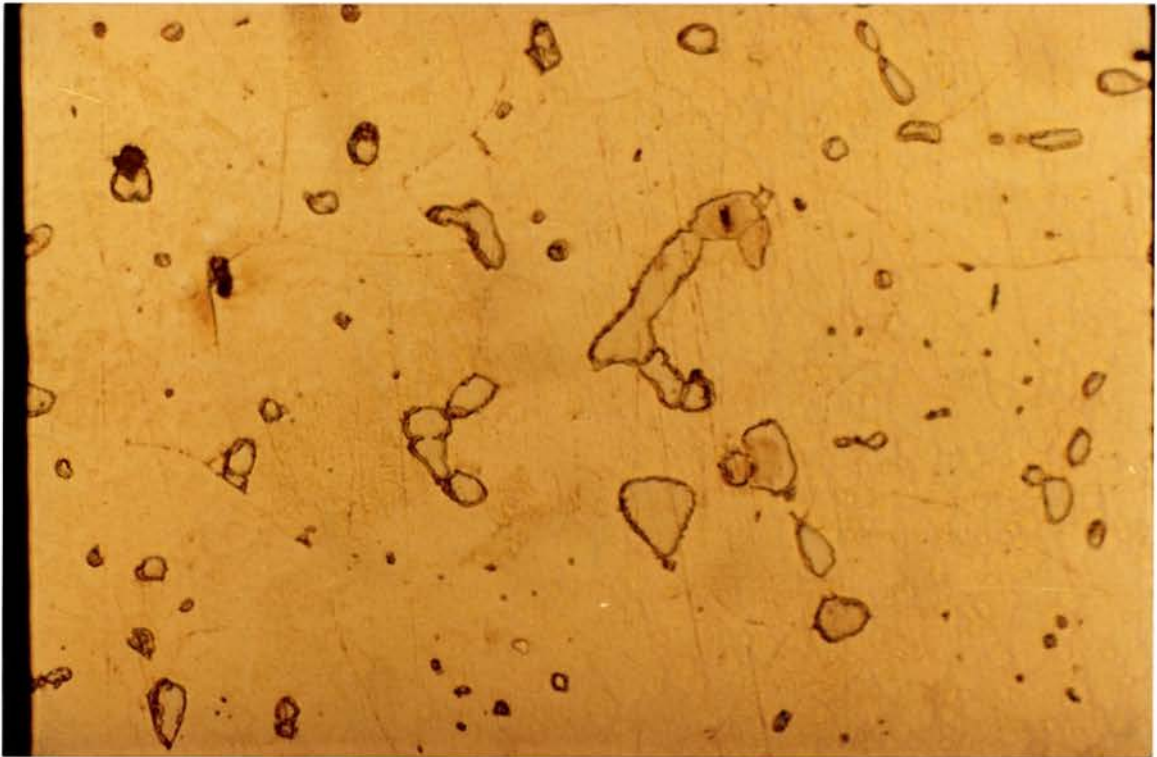


Figura 37 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min., Solução A -5g FeCl₃, 15 ml HCl e 60 ml de metanol (6 seg.) : aumento : 500X.

Na figura 35 e 36 percebe-se o contorno de grão austenítico delineado, notando-se completa ausência de carbonetos intergranulares e pequeníssimas quantidades de carbonetos intragranulares remanescentes. A quantidade de fase σ precipitada em contornos normais de grão diminui, sendo que os que restaram diminuíram de tamanho em comparação com a fase σ de pontos triplos, e esta não apresentou diferença aparente do aspecto mostrado para o tratamento de solubilização com o menor período de tempo.

As partículas de fase σ em forma de agulhas (intragranulares) sofreram diminuição em tamanho e em quantidade, sendo que em algumas

regiões elas passam a ter aspecto morfológico assemelhado ao dos carbonetos

Da figura 37 obtém-se a confirmação das observações mencionadas acima. O contorno de grão evidencia-se livre de precipitados de carbonetos pela não delimitação da estrutura austenítica com o ataque com a solução A. Nesta figura nota-se também os intermetálicos intergranulares, antes em forma de agulhas, apresentando formato circular.

As figuras 38, 39, 40, 41 e 42 apresentam os aspectos metalográficos observados em microscópio eletrônico de varredura. Estas metalografias vem a confirmar todos os aspectos observados através das análises em microscópio ótico, tendo sido este o objetivo principal desta caracterização.

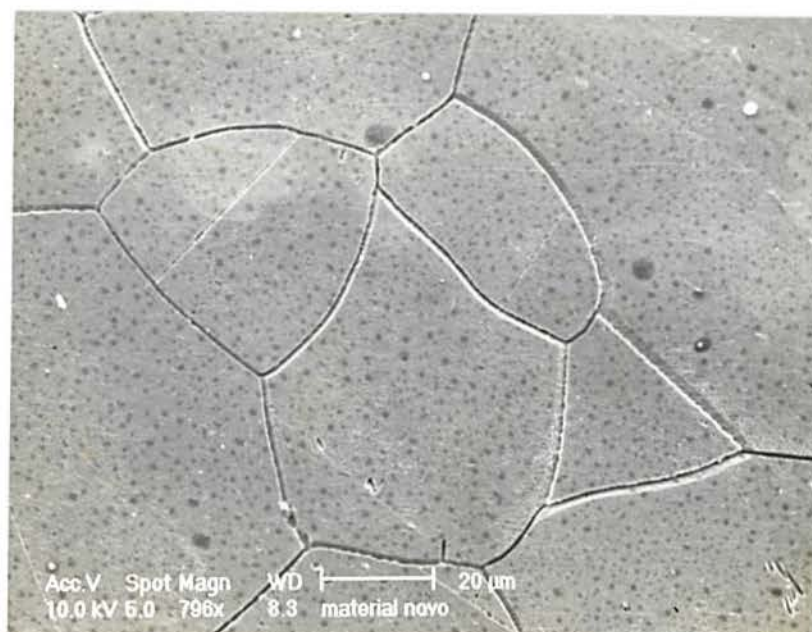


Figura 38 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 novo obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumento: 796X.



Figura 39 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 envelhecido artificialmente obtido em microscópio eletrônico e varredura : aumento: 2864X.

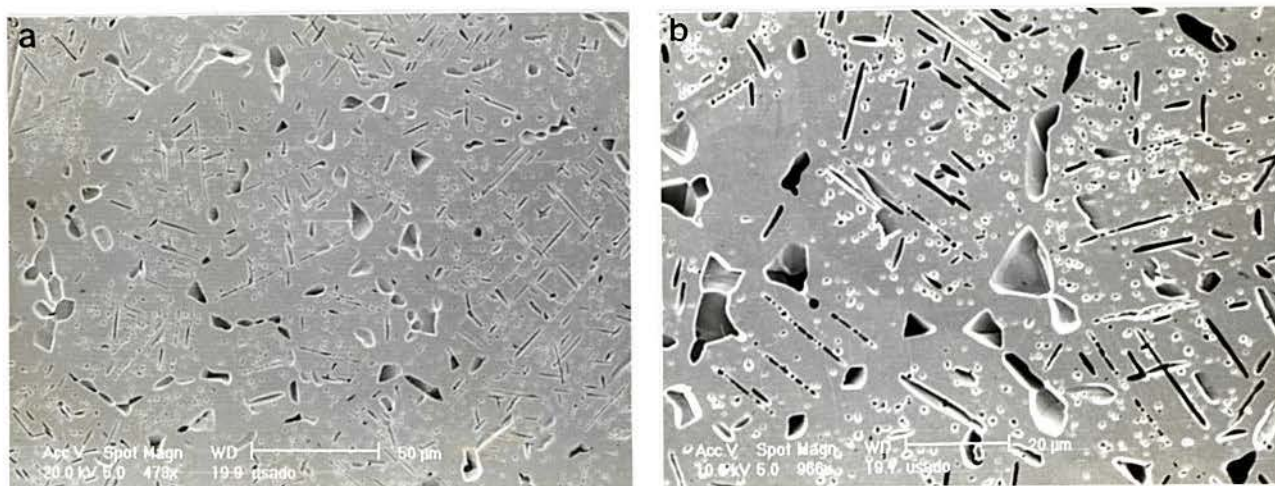


Figura 40 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumentos: a)473X, b)966X.

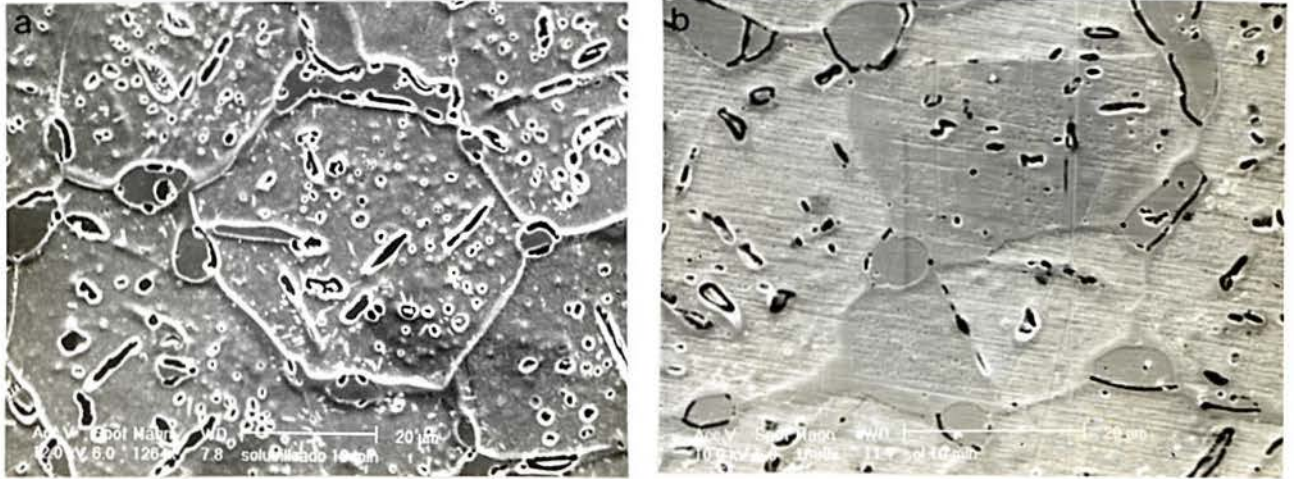


Figura 41 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 10 min. obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumentos: a)1264X, b)1680X.

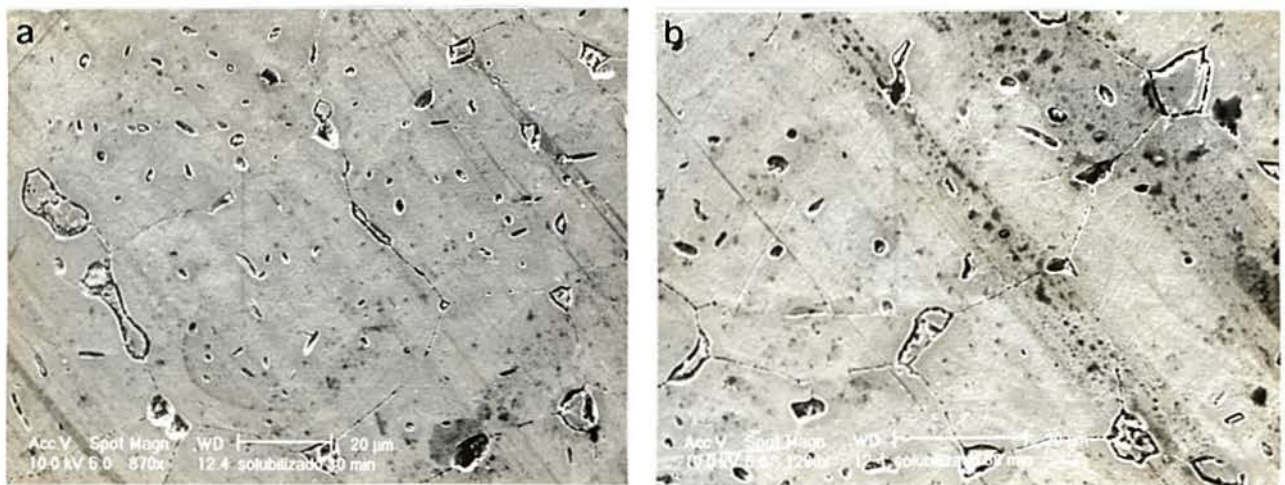


Figura 42 - Aspecto metalográfico para o AISI 304 usado solubilizado por 30 min. obtido em microscópio eletrônico de varredura : aumentos: a)870X, b)1280X.

4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM SUPERFÍCIE METÁLICA

A figura 43 apresenta o padrão obtido para difração de raios X em superfície metálica

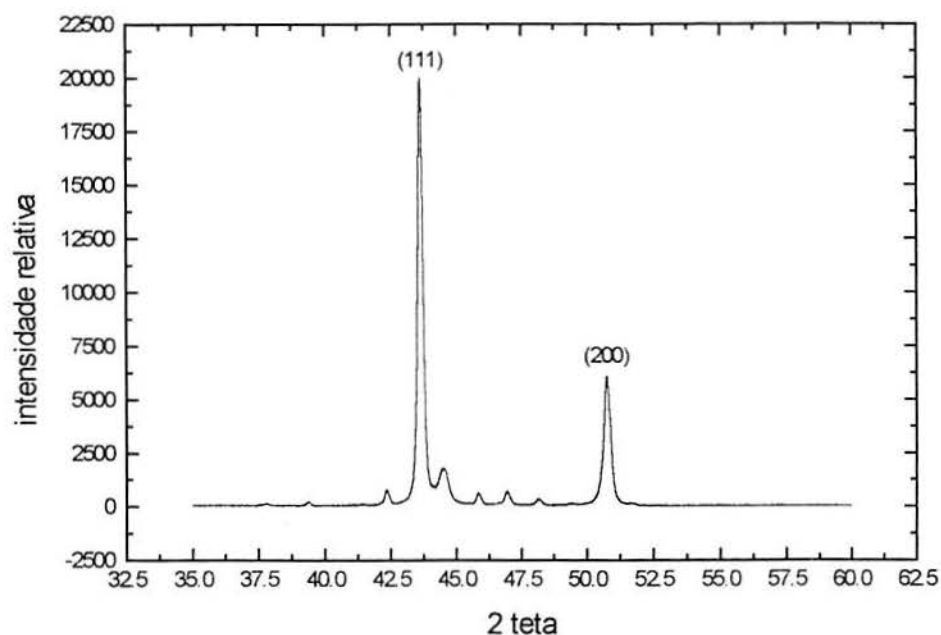


Figura 43 - Padrão para difração de raios X em superfície metálica.

A tabela 3 mostra a comparação dos dados relativos aos dois picos principais da figura 43 com os dados de literatura (fichas JCPDS), evidenciando que estes picos são característicos da fase γ - austenita.

Tabela 3 - Resultados da difração de raios X em superfície metálica para os dois picos mais intensos da figura 43.

picos	2 θ	d obs.	d ref.
maior	43,65 ^o	2,074	2,078
menor	50,75 ^o	1,798	1,799

Os valores de distância interplanares observados (d obs.) foram calculados a partir da lei de Bragg ($\lambda = 2d\text{sen}2\theta$) através da adaptação de uma Lorentziana a cada pico, sendo assim determinada a posição 2θ (centro da Lorentziana) referente a cada pico.

Em virtude dos picos de partículas de segunda fase possuírem intensidade relativa muito menor do que os picos de austenita, optou-se por analisá-los através do mesmo padrão de difração da figura 43 plotado em uma escala mais conveniente.

A figura 44 apresenta o padrão de difração para superfície metálica plotado em uma escala mais conveniente.

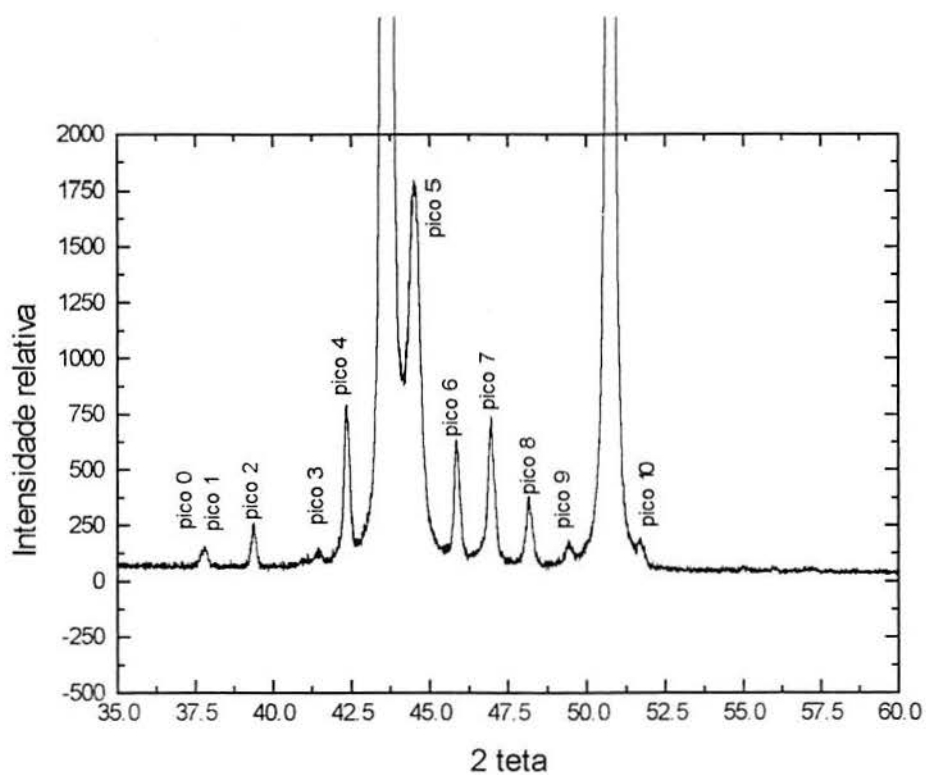


Figura 44 - Padrão de difração de raios X em superfície metálica com extrapolação de escala.

Da figura 44 puderam ser observados 11 picos característicos a partículas de segunda fase, sendo que para o caso de picos que sofriam interferência de outros picos, alterando assim o valor de distância interplanar observado, foram feitas desconvoluções destes picos adaptando-se múltiplas Lorentzianas de acordo com o número de picos que se suspeitava ter (picos 0-1, picos 4-5 e picos 9-10).

Para análise dos picos observados na figura 44 utilizou-se de tomar como base o padrão de difração obtido por Lai⁽³⁵⁾ em estudo sobre fases presentes em um AISI 316 em condições de trabalho assemelhadas ao AISI 304 em estudo.

A figura 45 apresenta o padrão obtido por Lai⁽³⁵⁾.

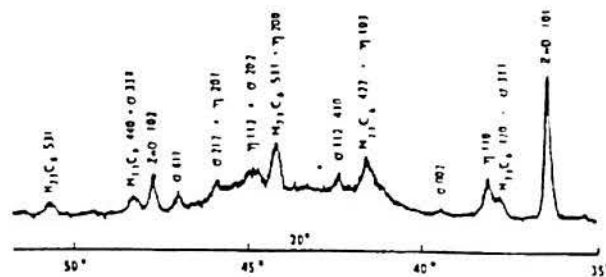


Figura 45 - Padrão de difração de raios X obtido por Lai⁽³⁵⁾.

Na análise dos resultados dos picos observados na figura 43 comparou-se os valores de d observados (d obs.) com os valores de d das fichas JCPDS (d ^{JCPDS}) e também com os valores de d calculados (d cal.) através do uso dos índices de Miller referentes a cada fase encontrada na posição d observada, de acordo com os índices de Miller das fichas JCPDS.

A tabela 4 apresenta os dados para o cálculo de d cal. para cada fase que se espera encontrar neste aço. A literatura de referência para a estrutura cristalina de cada fase estudada foi dada por Weiss e Stickler⁽²⁶⁾.

Tabela 4 - Dados para o cálculo de d cal.⁽²⁶⁾.

Fase	Simetria	Parâmetros de rede	distâncias interplanares
M ²³ C ⁶	Cúbica	a = 10,638	$1/d^2 = (h^2+k^2+l^2)/a^2$
Fase σ (Fe-Cr)	Tetragonal	a = 8,8 c = 4,54	$1/d^2 = (h^2+k^2)/a^2+(l^2/c^2)$
Fase σ (Fe-Mo)		a = 9,2 c = 4,82	
Fase σ (Fe-Cr-Mo)		a = 9,2 c = 4,74	
Fase η	Hexagonal	a = 4,73 c = 7,72	$1/d^2 = 4/3(h^2+hk+k^2/a^2+(l^2/c^2))$

A tabela 5 apresenta os resultados para difração de raios X conforme a figura 44.

Tabela 5 - Resultados para difração de raios X em superfície metálica.

		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
d obs.		2,39	2,36	2,29	2,18	2,14	2,04	1,98	1,93	1,89	1,84	1,77
M23C6	d cal.	2,38			2,17					1,88		1,77
	hkl	420			422					440		600
	d ^{jcpds}	2,38			2,18					1,88		1,78
Fase σ (Fe-Cr)	d cal.					2,13	2,02	1,97	1,93	1,89	1,84	
	hkl					410	202	420	411	331	222	
	d ^{jcpds}					2,13	2,02	1,96	1,93	1,88	1,83	
Fase σ (Fe-Mo)	d cal.	2,41		2,3		2,14	2,02	1,98	1,94		1,86	
	hkl	002		400		202	411	331	222		312	
	d ^{jcpds}	2,40		2,3		2,13	2,02	1,97	1,93		1,85	
Fase σ (Fe-Cr-Mo)	d cal.	2,37				**		1,97	1,92		1,84	
	hkl	002				**		331	222		312	
	d ^{jcpds}	2,37				2,13		1,96	1,92		1,84	
Fase η	d cal.		2,37		2,18		2,02	1,98				
	hkl		110		103		112	201				
	d ^{jcpds}		2,36		2,18		2,02	1,98				

4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLITICAMENTE

A figura 46 apresenta o padrão de difração para os precipitados extraídos eletroliticamente, sendo que nele são notadas as posições que estavam, na difração de raios X em superfície metálica, mascaradas pelos picos de austenita.

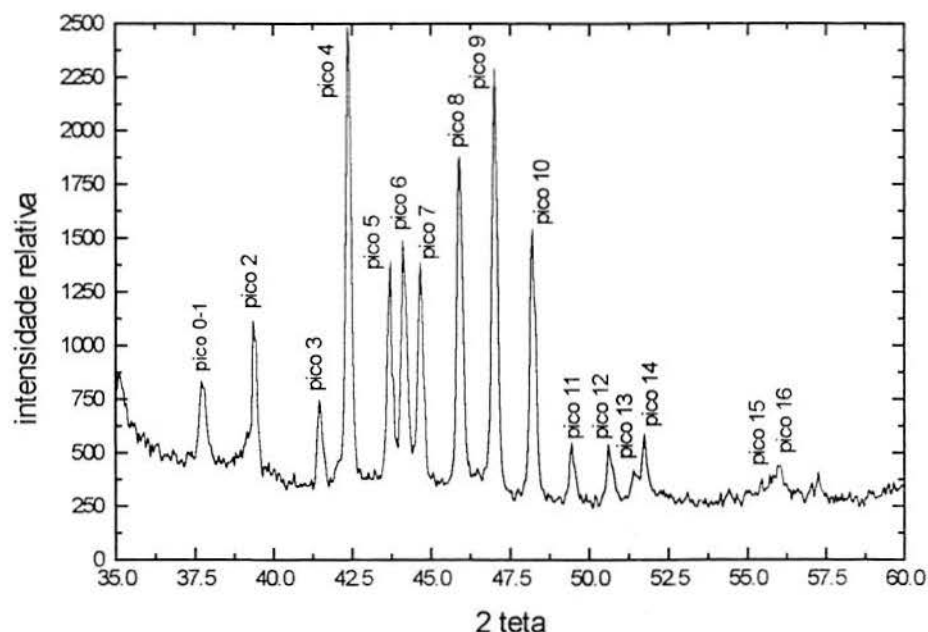


Figura 46 - Padrão a para difração de raios X em precipitados extraídos eletroliticamente.

A tabela 6 apresenta os resultados para a difração de raios X em precipitados extraídos eletroliticamente para os picos que não haviam sido identificados na difração de raios X em superfície metálica por estarem mascarados por outros picos de maior intensidade.

Todos os valores de distâncias interplanares verificados na tabela 5 para o padrão da figura 44 foram confirmados aqui, com exceção dos picos 0-1, os quais parecem se sobrepor no padrão da figura 46, e dos picos 5 e 10 da figura 44, os quais transformam-se respectivamente nos picos 6 e 7 e picos 13 e 14 da figura 46.

Salienta-se, então, que para os picos 5 e 10 (fig. 44), mesmo com sua deconvolução através de software de ajuste, a influência dos picos de austenita não pode ser totalmente descartada.

Tabela 6 - Resultados da difração de raios X em precipitados extraídos eletroliticamente.

Pico		5	6	7	12	13	14	15	16
d obs.		2,07	2,05	2,03	1,80	1,78	1,76	1,64	1,61
$M_{23}C_6$	d cal.		2,05		1,80	1,77			
	hkl		511		531	600			
	d ^{JCPDS}		2,05		1,80	1,78			
Fase σ (Fe-Cr)	d cal.	2,07		2,02			1,76	1,65	1,61
	hkl	330		202			430	431	511
	d ^{JCPDS}	2,06		2,02			1,76	1,64	1,61
Fase σ (Fe-Mo)	d cal.	2,08	2,06	2,02					
	hkl	212	420	411					
	d ^{JCPDS}	2,07	2,05	2,02					
Fase σ (Fe-Cr-Mo)	d cal.		2,05	2,02					
	hkl		212	411					
	d ^{JCPDS}		2,05	2,01					
Fase η	d cal.		2,05						
	hkl		200						
	d ^{JCPDS}		2,05						

4.4 ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLITICAMENTE

A figura 47 apresenta a análise morfológica dos precipitados extraídos eletroliticamente através de observação em microscópio eletrônico de varredura.

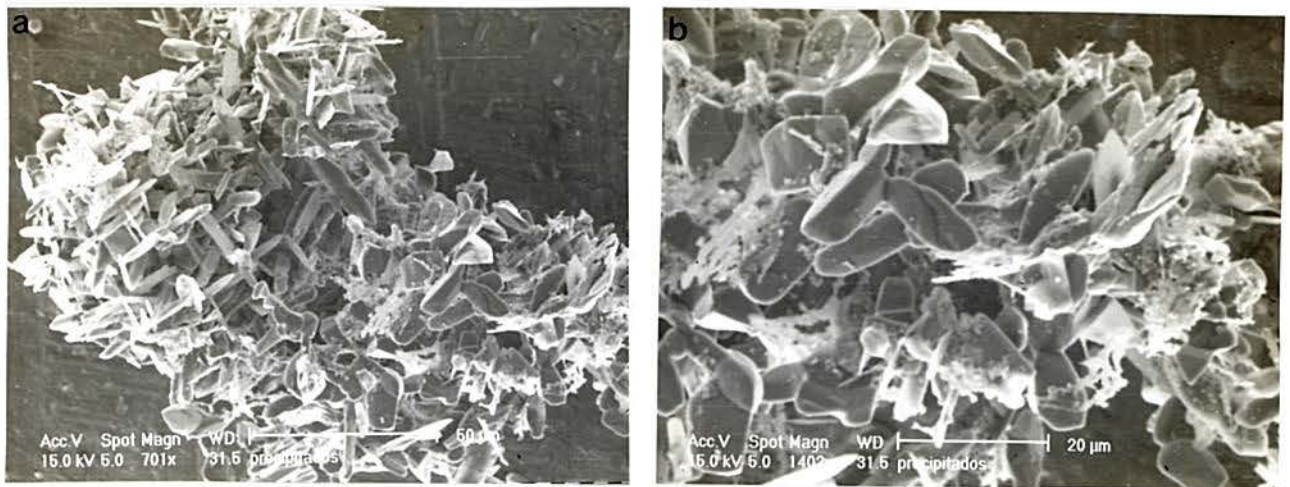


Figura 47 - Aspecto morfológico dos precipitados extraídos eletroliticamente :aumentos: a) 701X, b) 1402X.

Como citado no item 3.2.5, foi observado o aspecto dos precipitados que haviam ficado levemente ligados à matriz austenítica corroída na extração eletrolítica.

A figura 48 apresenta este aspecto.

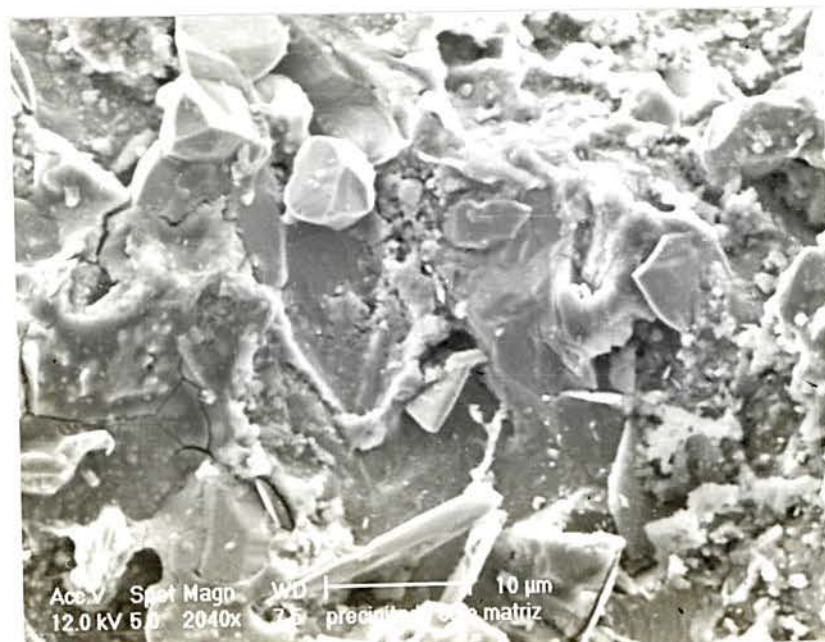


Figura 48 - Aspecto dos precipitados unidos à matriz austenítica corroída :aumento:2040X.

4.5 DUREZA BRINELL

A tabela 10 apresenta os resultados obtidos para as medidas de dureza Brinell (HB) em todas as amostras de AISI 304 analisadas.

Tabela 10 - Resultados de dureza Brinell (HB).

tipo de material	dureza 1	dureza 2	dureza 3	média de dureza
novo	129 HB	141 HB	143 HB	137 HB
usado	170 HB	170 HB	170 HB	170 HB
env. artificial	150 HB	150 HB	158 HB	152 HB
solub. 10 min.	167 HB	170 HB	161 HB	166 HB
solub. 30 min	131 HB	150 HB	140 HB	140 HB

4.6 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TEMPERATURA ELEVADA

A figura 49 apresenta a plotagem do deslocamento da linha de aplicação de carga em função do tempo de ensaio decorrido para o material novo.

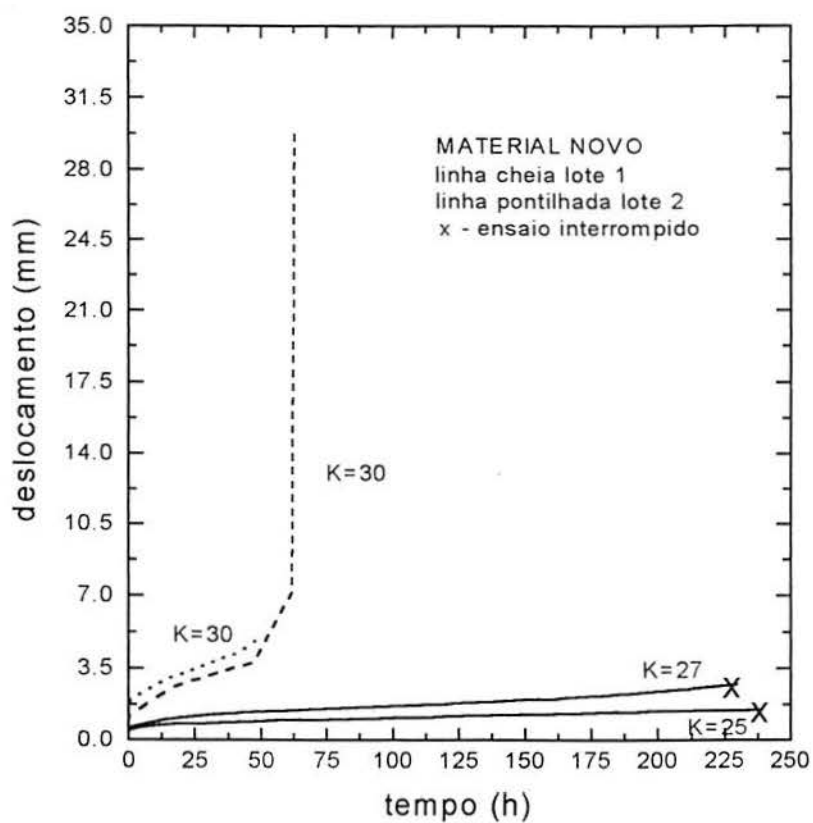


Figura 49 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material novo (K em MPa.m^{0.5}).

A figura 50 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo para o material novo envelhecido artificialmente.

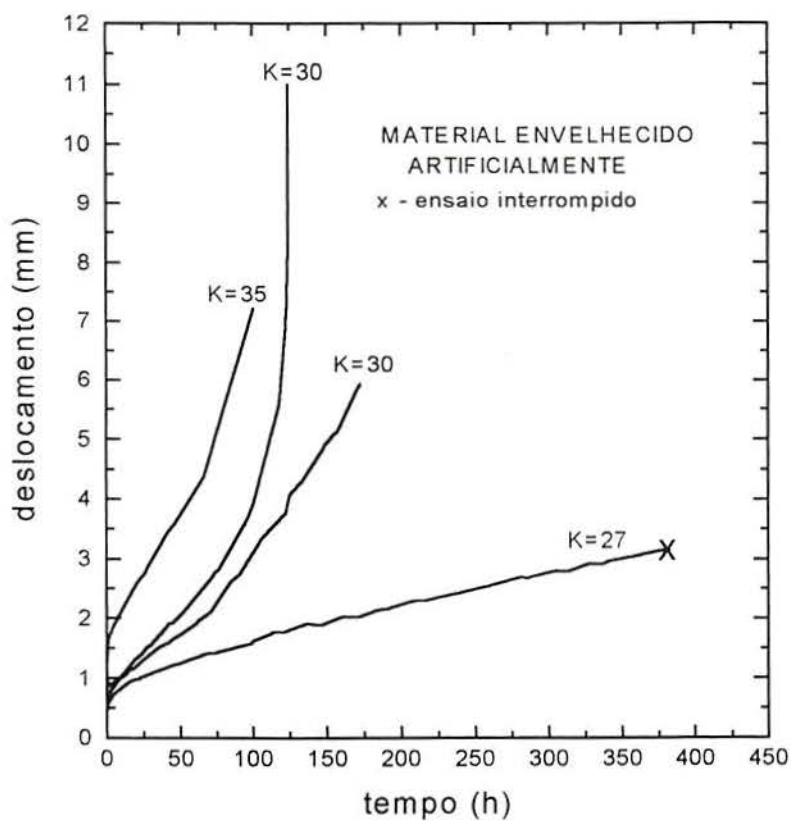


Figura 50 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material envelhecido artificialmente (K em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$).

A figura 51 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo para o material usado (envelhecido em serviço).

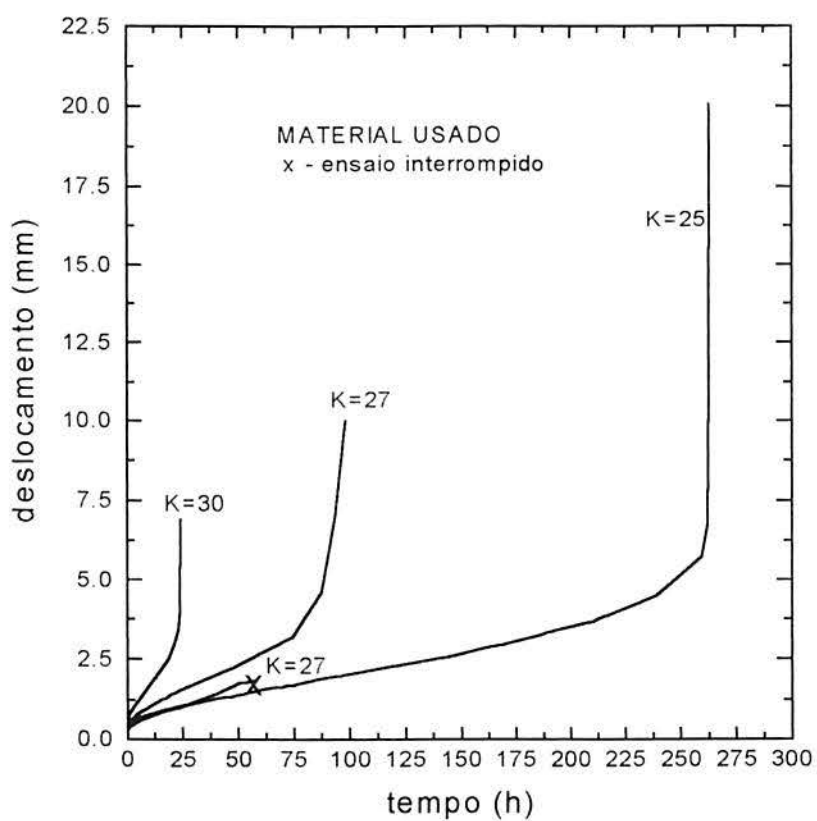


Figura 51 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material usado (K em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$).

A figura 52 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo para o material usado exposto a tratamento de solubilização por um período de tempo de 10 minutos.

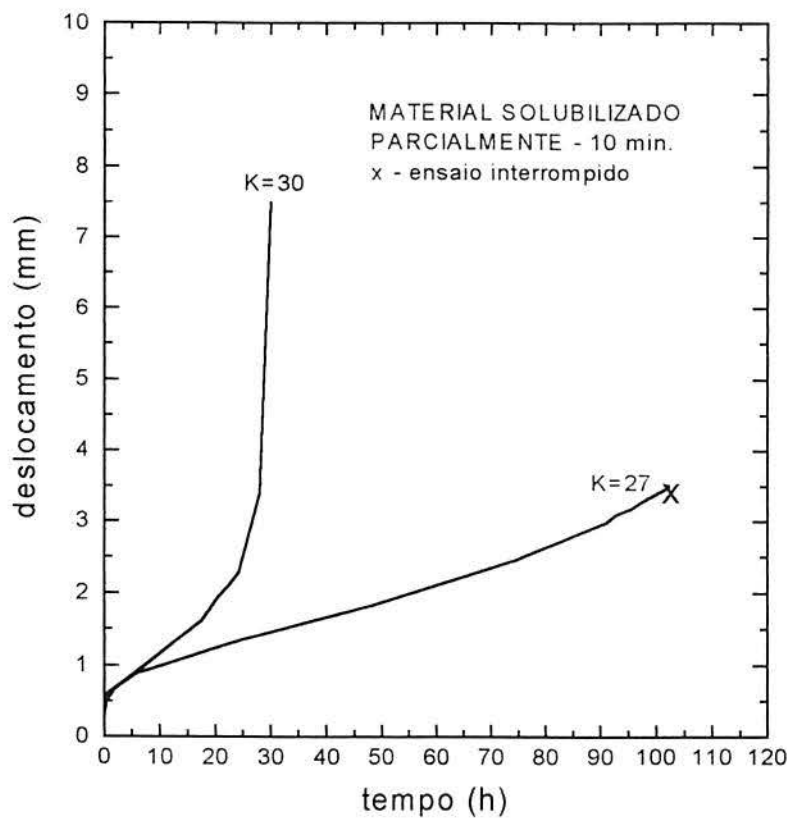


Figura 52 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material usado por 10 min (K em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$).

A figura 53 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo para o material usado exposto a tratamento de solubilização por um período de tempo de 30 minutos.

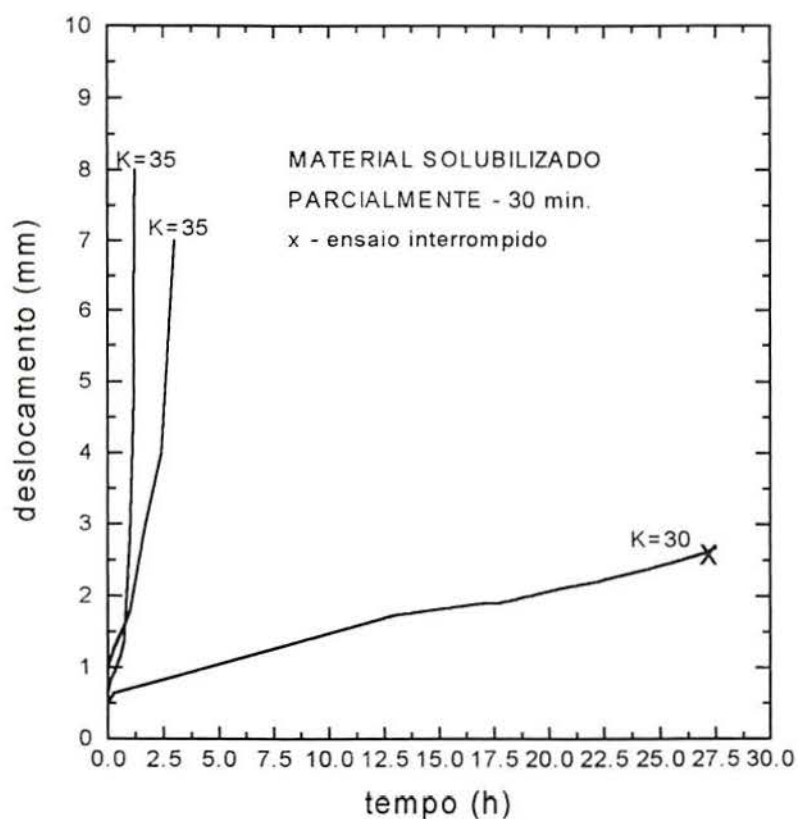


Figura 53 - Deslocamento linha de carga X tempo de ensaio para material usado solubilizado por 30 min (K em $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$).

A figura 54 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo de ensaio para duas das situações de trabalho estudadas sob exposição a um mesmo coeficiente inicial de intensidade de tensões de 25 $\text{Mpa}\cdot\text{m}^{0.5}$.

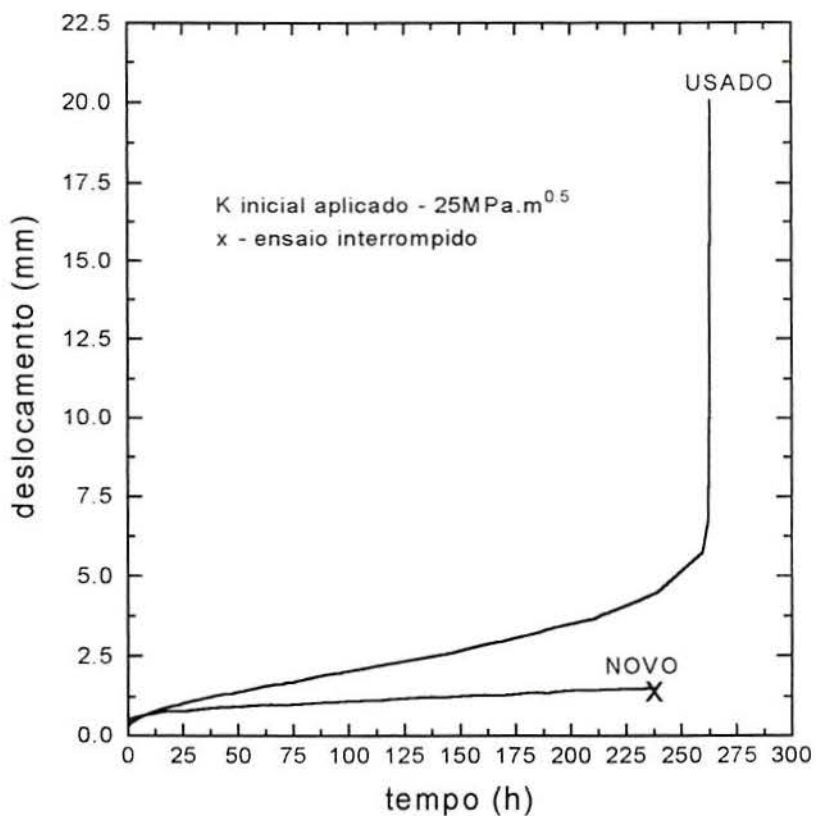


Figura 54 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de $25\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$.

A figura 55 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo de ensaio para quatro das situações de trabalho sob um coeficiente inicial de intensidade de tensões de $27\text{Mpa}\cdot\text{m}^{0.5}$.

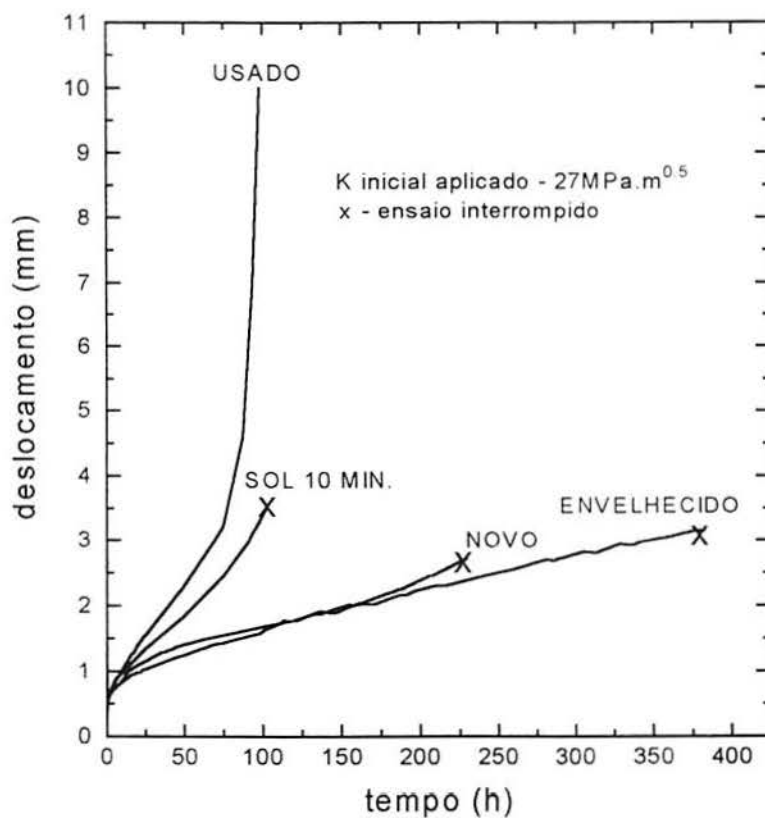


Figura 55 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de $27 \text{MPa.m}^{0.5}$.

A figura 56 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo de ensaio para todas as situações de trabalho estudadas sob um coeficiente inicial de intensidade de tensões de $30 \text{Mpa.m}^{0.5}$.

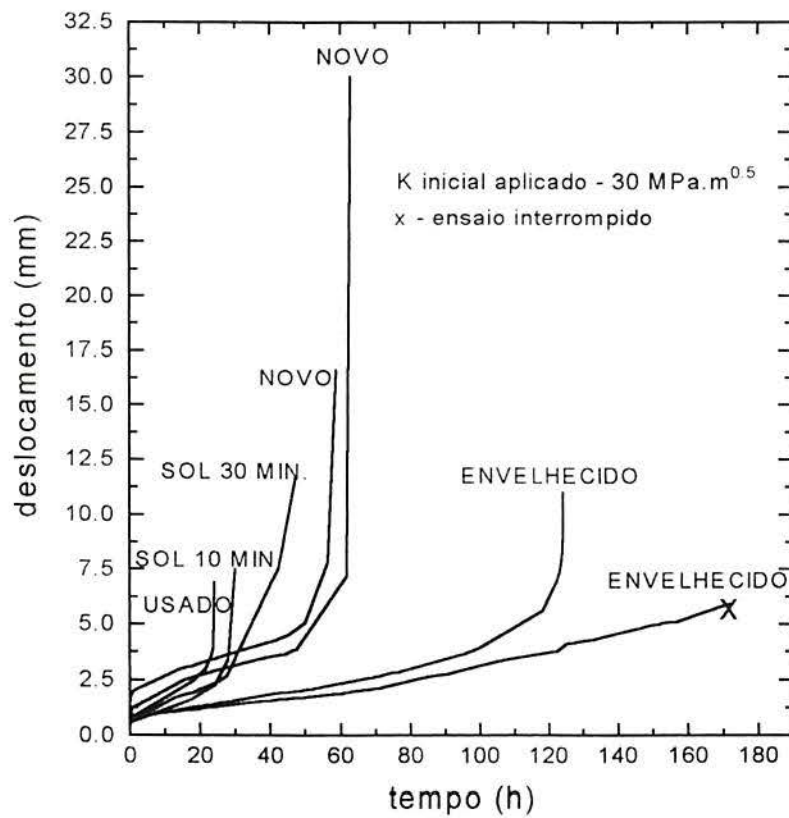


Figura 56 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de $30 \text{ MPa.m}^{0.5}$.

A figura 57 apresenta o deslocamento da linha de carga em função do tempo de ensaio para duas das situações de trabalho estudadas sob exposição a um mesmo coeficiente inicial de intensidade de tensões de $35 \text{ MPa.m}^{0.5}$.

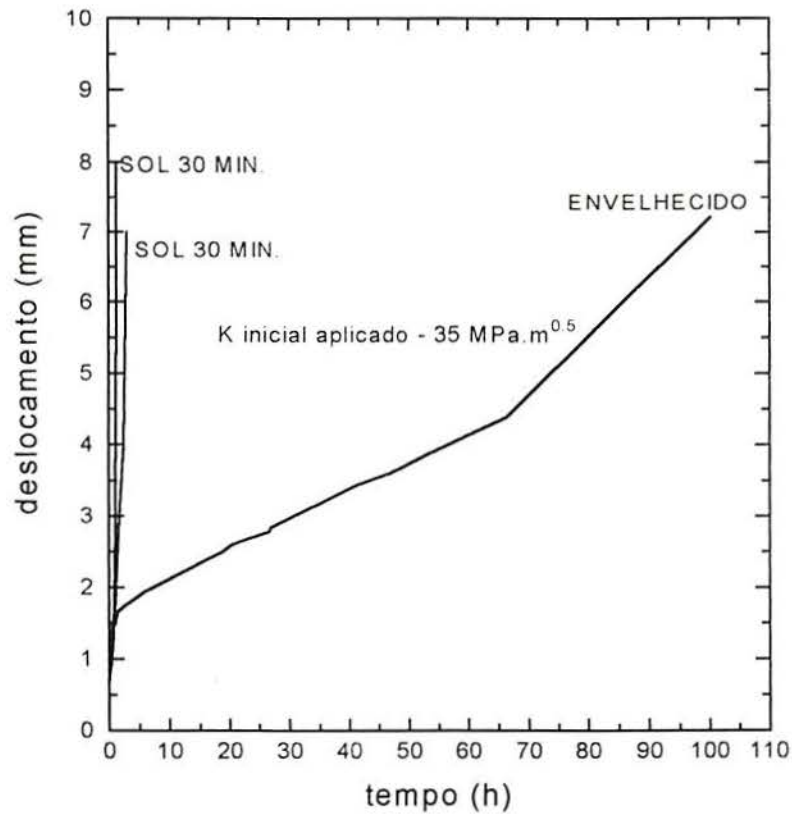


Figura 57 - Deslocamento da linha de carga X tempo de ensaio para um K inicial aplicado de 35 MPa.m^{0.5}.

4.7 FRACTOGRAFIA

A seguir serão apresentadas as fotos das fraturas dos corpos de prova após terem sido submetidos aos testes de resistência em temperatura elevada.

A figura 58 apresenta a fratura para o material novo, sendo que esta se apresenta totalmente intergranular.

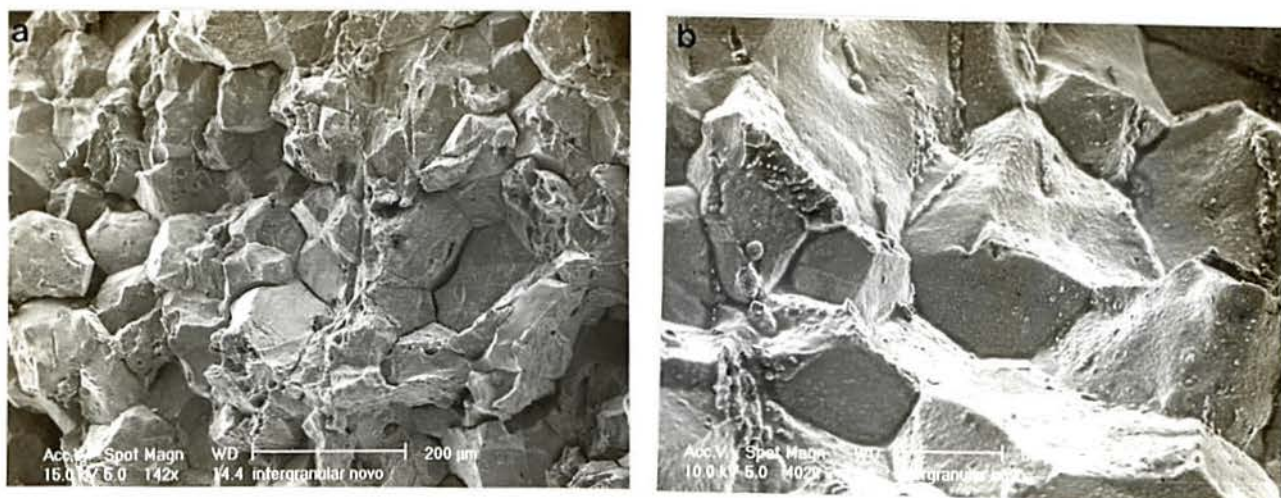


Figura 58 - Aspecto da fratura para material novo :aumentos: a)142X, b)402X.

A figura 59 apresenta a fratura para o material envelhecido artificialmente, sendo que esta se apresenta totalmente transgranular, o que é confirmado pela figura 60, que apresenta a propagação da trinca em um ensaio interrompido.

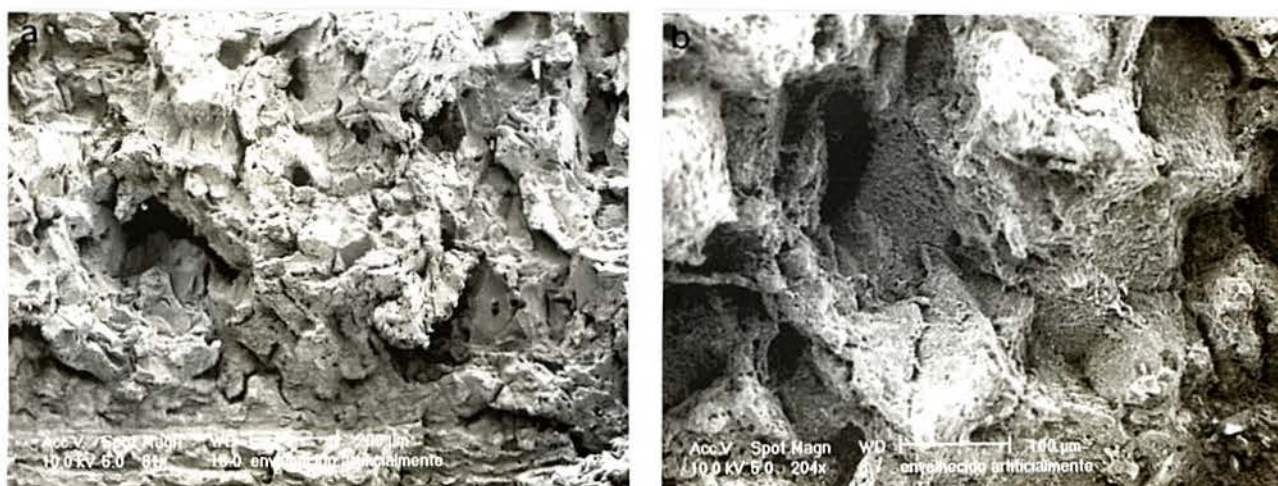


Figura 59 - Aspecto da fratura para material envelhecido artificialmente :aumentos: a)81X, b)204X.



Figura 60 - Aspecto metalográfico da região a fim de explicar trincamento transgranular em material envelhecido artificialmente em ensaio interrompido :aumento:2864X.

As figuras 61, 62 e 63 apresentam fotos de fratura para o material usado, sendo evidenciado o seu aspecto transgranular na figura 61 e nas figuras 62 e 63, além do aspecto transgranular, uma grande quantidade de precipitados nas superfícies de fratura.



Figura 61 - Aspecto da fratura para material usado:aumento:278X.



Figura 62 - Aspecto da fratura para material usado:aumento:614X.



Figura 63 - Aspecto da fratura para material usado:aumento:687X.

A figura 64 apresenta o aspecto de fratura para o material usado exposto a tratamento de solubilização por 10 min., sendo evidenciada uma maior tendência a um aspecto intergranular de fratura.

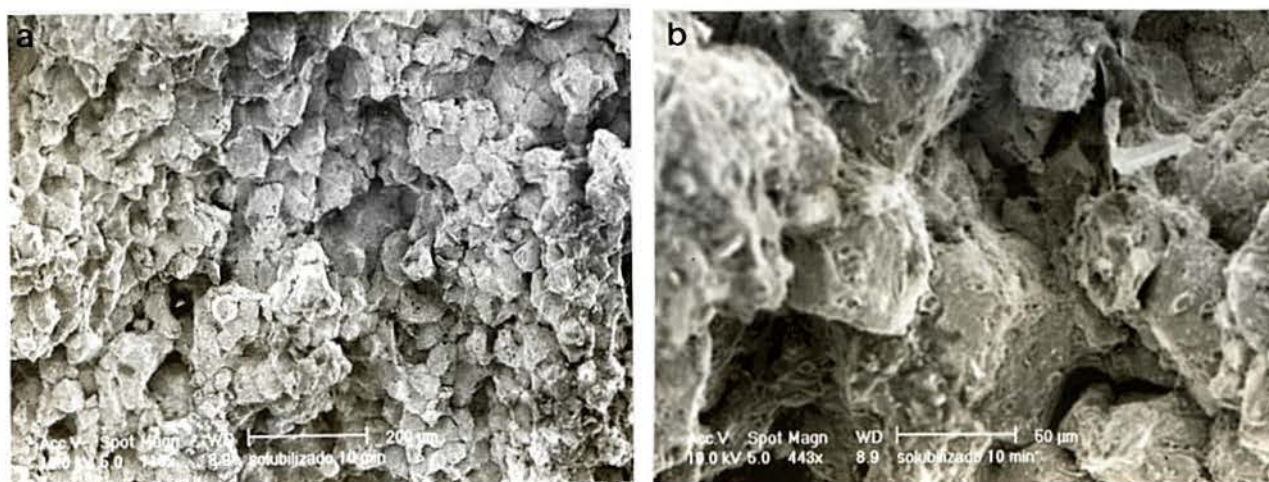


Figura 64 - Aspecto da fratura para material envelhecido em serviço solubilizado por 10 min.:aumentos: a)110X, b)443X.

As figuras 65 e 66 apresentam as fotos de fratura para o material usado exposto a tratamento de solubilização por um período de tempo de 30 min., percebendo-se aqui um aspecto intergranular de fratura e sendo notada a presença de partículas massivas de intermetálicos na superfície de fratura.

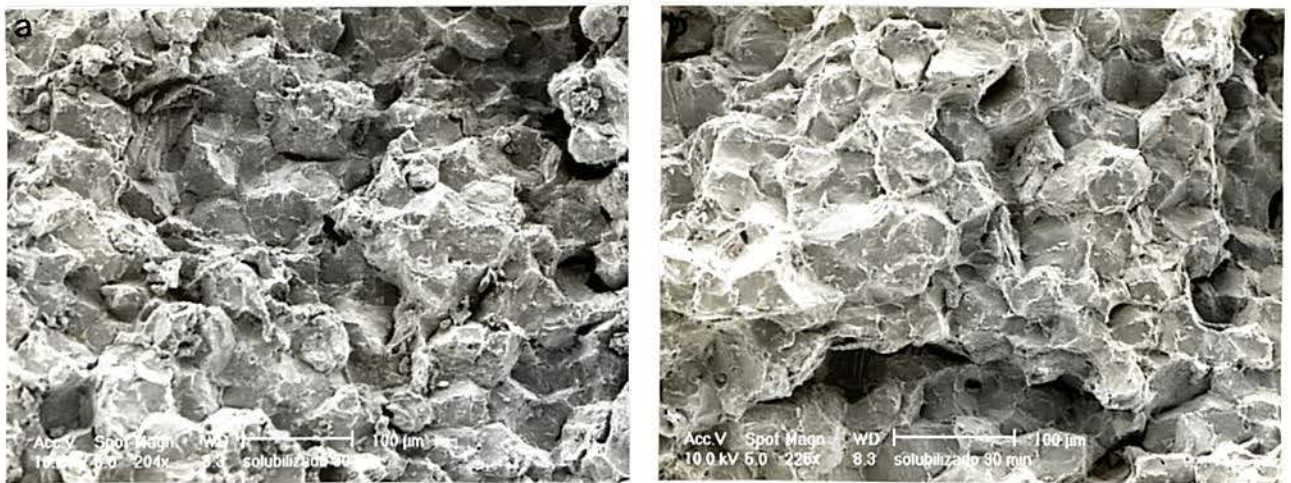


Figura 65 - Aspecto da fratura para material usado solubilizado por 30 min.:aumentos: a)204X, b)225X.

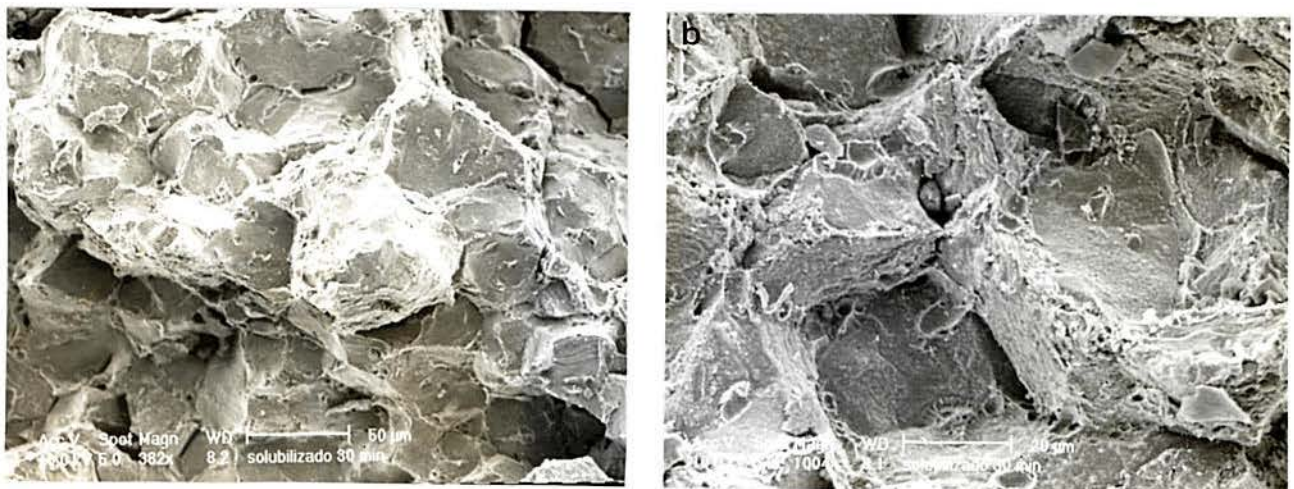


Figura 66 - Aspecto da fratura para material usado solubilizado por 30 min.:aumentos: a)382X, b)1004X.

As figuras 67 e 68 apresentam aspectos macrográficos para dois ensaios interrompidos sendo estas, respectivamente, de um material envelhecido artificialmente e de um material usado (envelhecido em

serviço), com grandes deformações envolvidas na propagação de trinca do material envelhecido artificialmente e nenhuma deformação envolvida no material envelhecido em serviço.



Figura 67 - Aspecto macrográfico da fratura do material envelhecido artificialmente em um ensaio interrompido.



Figura 68 - Aspecto macrográfico da fratura do material usado em um ensaio interrompido.

5. DISCUSSÕES

5.1 ANÁLISE METALOGRÁFICA

Através da figura 27, que mostra o aspecto metalográfico para o material novo (após ensaio) não comprova-se a ocorrência de precipitação de partículas de segunda fase para o material em estudo. Isto está de acordo com Weiss e Stickler⁽²⁶⁾, que citam que para os níveis de tempo e temperatura utilizados no ensaio não ocorrerá nenhum fenômeno de precipitação estática ou dinâmica para o aço AISI 304.

Pelas figuras 28, 29 e 30 percebe-se a precipitação inter e intragranular de carbonetos, comprovando assim a efetividade do tratamento descrito no item 3.4.

As referências citadas para o item 2.4 sugerem que quanto menores forem os carbonetos e quanto menor for a distância média entre eles, maior será a resistência à fluência e à propagação de trincas em temperaturas elevadas. Assim, espera-se que esta situação de trabalho do AISI 304 seja a que mais resista a propagação de trinca nos testes em questão.

A figura 69 mostra a precipitação intergranular de carbonetos em um AISI 316.

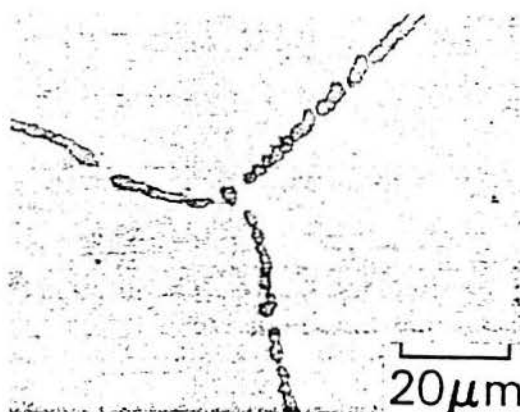


Figura 69 - Precipitação intergranular de carbonetos em um AISI 316⁽²⁶⁾.

As figuras 31, 32 e 33 mostram a precipitação de fases intermetálicas em detrimento das partículas de carbonetos. Isto é explicado pelo fato de que a fase σ e a fase η não dissolvem carbono em seu reticulado. Primeiramente o carbono livre da matriz se combina com átomos de Cromo e Molibdênio formando carbonetos, ao ser esgotado o carbono livre da matriz os átomos de Cromo passam a se difundir dando início à formação de fases intermetálicas. Em seu crescimento, as fases intermetálicas roubam Cromo tanto dos carbonetos quanto da matriz austenítica aumentando a solubilidade da matriz por Carbono dissolvendo, assim, grande parte dos carbonetos^(28 e 32).

Foi verificada uma menor quantidade de carbonetos em áreas adjacentes às fases intermetálicas de contorno de grão em relação as áreas adjacentes às fases precipitadas intragranularmente.

Da sequência de precipitação da fase σ proposta por Barcik⁽³¹⁾ salienta-se que a fase σ intragranular em forma de agulhas é a última a se precipitar. Assim os carbonetos intragranulares também serão os últimos a se dissolverem.

O maior tamanho das partículas de fase σ em contorno de grão é justificado pelo fato de que os contornos de grão (principalmente os pontos triplos) possuem grande energia livre, sendo a precipitação e o crescimento favorecido nestas áreas.

A figura 70 apresenta a precipitação intragranular de partículas de fase σ em um AISI 310.



Figura 70 - Precipitação intragranular de fase σ em um AISI 310⁽³¹⁾.

Da observação das metalografias dos materiais solubilizados (figuras 31, 32 e 33) é possível confirmar a sequência de precipitação proposta através do mecanismo de dissolução das fases presentes.

As partículas intragranulares, que são as menos massivas, são as primeiras a diminuírem em tamanho e quantidade. Nas partículas de contorno de grão normais foi verificado, primeiramente, um arredondamento (solubilização por 10 minutos) e, após, uma queda em quantidade (solubilização por 30 minutos), destacando-se que estas partículas foram as segundas na sequência de dissolução e, obviamente, na precipitação. As partículas de pontos triplos, que são as maiores (ver figuras 47 e 48) e com aspecto morfológico mais estável não sofreram influência perceptível dos tratamentos de solubilização empregados.

Sugere-se aqui que tratamentos de solubilização com o intuito de dissolução total das partículas de segunda fase deverão envolver os níveis de temperatura utilizados neste trabalho (item 3.5) com utilização, porém, de períodos de tempo maiores⁽³¹⁾.

As figuras 38, 40, 41 e 42 só vem a confirmar de forma mais precisa a distribuição de fases verificada através de metalografias obtidas em microscópio ótico.

5.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM SUPERFÍCIE METÁLICA

Os resultados de difração de raios x em superfície metálica foram analisados somente em termos da posição relativa dos picos característicos a cada fase em relação ao ângulo de varredura observado. A intensidade relativa de cada pico não foi analisada em virtude de não ser o objetivo deste trabalho a caracterização quantitativa das fases presentes, mas sim a análise qualitativa da precipitação de fases em um AISI 304 e sua influência na propagação de trinca sob os níveis de solicitação mecânica e de temperatura estudados.

Todos os resultados apresentados no item 4.2 ficaram de acordo com os espectros obtidos por Kwietniewski⁽²⁸⁾ e Lai⁽³⁵⁾, sendo que o último obteve seu espectro de difração através da produção das fases por uso somente de seus elementos de composição.

No item 4.2 somente não foram verificadas as posições relativas aos picos que estavam mascarados pelos picos de fase γ -austenita-, a qual se apresenta em quantidade bem maior do que as partículas de segunda fase.

Os valores de d cal., distâncias interplanares relativas a cada pico observado foram calculados a partir dos valores de ângulo de varredura relativo a cada pico das fichas JCPDS e dos dados de simetria obtidos da literatura⁽²⁶⁾ com o intuito de comparar os valores de d observados tanto

com as fichas JCPDS quanto com os valores obtidos pela análise dos dados de literatura.

5.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLITICAMENTE

No item 4.3 todos os picos que poderiam estar mascarados pelos picos de maior intensidade da austenita foram observados (comparação com as fichas JCPDS).

A influência dos picos de austenita é tão grande que, nos picos 5 e 10 (figura 44), mesmo através de sua deconvolução dos picos de austenita pela adaptação de Lorentzianas duplas, foi verificado pela difração de raios X em precipitados extraídos eletroliticamente que estes dois picos se transformavam em quatro picos quando da ausência da matriz austenítica (picos 6 e 7 e picos 13 e 14 da figura 46).

5.4 FASES PRESENTES

Através da análise dos itens 4.2 e 4.3 foi confirmada a presença das fases $M_{23}C_6$, da fase η e da fase σ , sendo que para a última não pode ser feita uma distinção exata sobre a qual sistema ela pertencia (Fe-Cr, Fe-Mo ou Fe-Cr-Mo). Esta impossibilidade é devida ao fato de que não foi encontrado nenhum pico único de fase σ pertencente a um dos três sistemas encontrados com intensidade relativa de 100%.

De qualquer forma, reiterando o que foi dito no item 5.2, o objetivo do trabalho não foi a caracterização quantitativa de cada fase ou até mesmo a identificação de qual sistema pertencia cada fase.

5.5 ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS PRECIPITADOS EXTRAÍDOS ELETROLITICAMENTE

Através das figuras 47 e 48 foi observado o aspecto morfológico das partículas de segunda fase.

Nesta análise foi obtido o aspecto morfológico da fase σ inter e intragranular, não tendo sido possível a observação do aspecto dos carbonetos $M_{23}C_6$ e da fase η . Como já citado no item 2.6, a fase η aparece como o menor constituinte em aços inoxidáveis austeníticos⁽²⁶⁾, não sendo assim esperada sua identificação a nível morfológico.

O carboneto $M_{23}C_6$ apresenta-se geralmente como partículas pequenas em forma de agulhas, mas em virtude de o eletrólito proposto na literatura (ver tabela 2) para que este carboneto seja resíduo insolúvel na extração eletrolítica, seja a base de ácido tartárico e H_2O_2 ou $HgCl_2$ e HCl , pode ter ocorrido a dissolução parcial dos carbonetos (no processo de extração em questão foi utilizado HCl e metanol - item 3.2.3), tornando-os tão pequenos ao ponto de não ser possível sua análise morfológica.

Já Kwietniewski⁽²⁸⁾, ao usar o mesmo tipo de eletrólito na extração eletrolítica de fases de um AISI 316 conseguiu analisar partículas de fase σ em formato triangular referentes aos pontos triplos e partículas pequenas de carbonetos $M_{23}C_6$ em forma de agulhas

Cita-se que para o AISI 316 estudado por Kwietniewski⁽²⁸⁾ o tempo e a temperatura de exposição a serviço foram menores do que no AISI 304 em estudo, esperando-se assim que a quantidade de carbonetos $M_{23}C_6$ seja maior que no AISI 304.

A figura 71 apresenta o aspecto morfológico das partículas de segunda fase presentes no AISI 316 estudado por Kwietniewski.

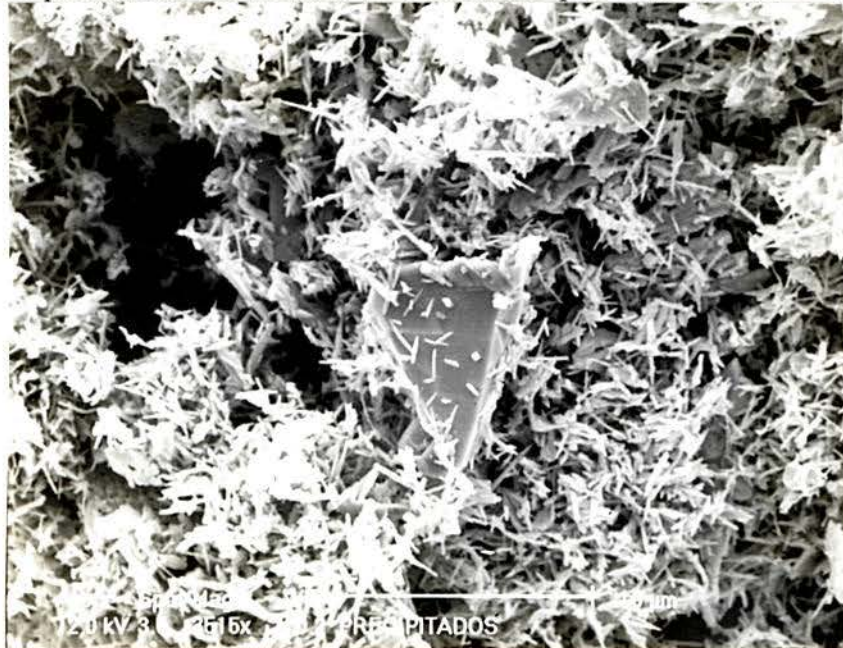


Figura 71 - Aspecto morfológico de partículas de segunda fase em um AISI 316⁽²⁸⁾

5.6 DUREZA BRINELL (HB)

Pela tabela 10 percebe-se que o material novo apresenta menor dureza. O material usado e o solubilizado por 10 minutos apresentam os maiores valores de dureza devido a maior quantidade de fases intermetálicas presentes. Destaca-se que a fase σ , de acordo com [21], apresentaria valores de dureza em torno de 68 HRC.

O material envelhecido artificialmente apresenta dureza maior do que o envelhecido em serviço solubilizado por 30 minutos devido ao fato de que, embora não apresente partículas intermetálicas, possui uma distribuição de carbonetos menos espaçada, o que não ocorre no material solubilizado por 30 minutos, o qual possui uma distribuição espaçada de fases intermetálicas.

Cita-se aqui que, para o material envelhecido artificialmente, no qual foram evidenciadas grandes deformações envolvidas na propagação da

trinca, pode ocorrer de, nos períodos iniciais do ensaio de resistência à temperatura elevada, o deslocamento verificado na linha de aplicação de carga não implicar diretamente em propagação de trinca, ocorrendo em virtude das grandes deformações envolvidas um efeito de cegamento da ponta da trinca.

5.7 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À TEMPERATURA ELEVADA

Das figuras 49 a 53 percebe-se que para as mesmas situações de trabalho, o corpo de prova que possuía menor fator de intensidade de tensões inicialmente aplicado era o que mais resistia.

Para o material novo (figura 49) demonstra-se que as diferenças de composição química presentes nos dois lotes estudados não influenciou em sua resistência nos ensaios em questão.

Das figuras 54 a 57 conclui-se que o material mais resistente à propagação de trinca é o material envelhecido artificialmente, visto que ele possui somente carbonetos precipitados, sendo que estes impedem o deslizamento de contorno de grão (quando intergranulares) e inibem a escalagem e o deslizamento de discordâncias (quando transgranulares).

Além disso, Matsuo et al.⁽²¹⁾ colocam que carbonetos intergranulares são efetivos na supressão de nucleação de vazios intergranulares e trincas através da redução da concentração de tensões proveniente do deslizamento de contornos de grão, colocando também que os precipitados intergranulares agem como barreira contra a propagação de trincas.

Li et al.⁽²²⁾ sugerem que quedas drásticas na taxa de fluência e barreiras mais efetivas contra a propagação de trincas são devido a alta

densidade local de discordâncias perto dos carbonetos de contorno de grão, o que leva a elevada tensão interna e baixa tensão efetiva aplicada.

Confirma-se a queda nas propriedades mecânicas quando da presença de fases intermetálicas através da comparação da resistência do material novo com os materiais envelhecidos em serviço (figuras 54, 55 e 56).

A fase σ , por possuir pouca coerência com a matriz austenítica, gera maior concentração local de tensões e, estando ela precipitada com uma distribuição mais espaçada, é favorecido o crescimento de trinca com a sua presença.

Dentre os materiais que possuem as fases intermetálicas precipitadas (usado, solubilizado por 10 minutos e solubilizado por 30 minutos) o que menos resiste é o material usado, vindo em sequência o solubilizado por 10 minutos e, após, o solubilizado por 30 minutos.

De acordo com Barcik⁽³¹⁾ a morfologia das fases intermetálicas possui influência na resistência mecânica dos materiais, possuindo as partículas alongadas em forma de agulhas efeito mais pronunciado na queda de resistência tanto em temperaturas elevadas quanto em temperatura ambiente.

Também credita-se a este fenômeno a menor resistência do material solubilizado por 10 minutos em comparação com o solubilizado por 30 minutos, visto que a quantidade de intermetálicos em forma de agulhas no solubilizado por 10 minutos é maior do que no solubilizado por 30 minutos.

5.8 FRACTOGRAFIA

A figura 58 mostra o aspecto de fratura para o material novo. A fratura intergranular observada é justificada pela ausência de partículas de carbonetos em contorno de grão, não sendo assim impedido o deslizamento de contorno de grão, ocorrendo a fratura intergranular pela maior resistência intrínseca da matriz austenítica em relação aos contornos de grão.

As figuras 59 e 60 mostram o aspecto transgranular de fratura para o material envelhecido artificialmente. Este aspecto é creditado ao fato de que as partículas intragranulares de carbonetos possuem maior espaçamento médio entre si do que as partículas intergranulares. Assim o contorno de grão torna-se mais resistente do que a matriz austenítica.

O aspecto macrográfico da fratura, mostrado na figura 67, evidencia grandes deformações envolvidas no material envelhecido artificialmente. Ou seja, a restrição à propagação de trinca neste material é tão grande que o grão se deforma consideravelmente antes que a trinca avance.

As figuras 61, 62 e 63 apresentam o aspecto transgranular de fratura para o material usado. Este aspecto é justificado pela morfologia mais propícia à concentração de tensões dos precipitados em forma de agulhas em relação aos precipitados de contorno de grão normais e de pontos triplos.

A figura 68 demonstra que não houve deformação envolvida no trincamento do material usado, evidenciando assim a fragilidade associada com as partículas intermetálicas.

A figura 64 demonstra a tendência intergranular de fratura do material solubilizado por 10 minutos, sendo que esta tendência é devido ao fato de que os intermetálicos em forma de agulhas diminuem em tamanho e quantidade comparando-se com o material envelhecido em serviço, aliado ao fato de uma diminuição na quantidade de carbonetos intergranulares.

As figuras 65 e 66 mostram o aspecto intergranular de fratura do material solubilizado por 30 minutos. Neste caso há uma completa ausência de carbonetos intergranulares e uma queda drástica na quantidade de intermetálicos intragranulares, sendo assim justificada a fratura intergranular.

Aliado ao citado acima, McMahon⁽³⁴⁾ relata, além de fragilidade associada com partículas de intermetálicos de contorno de grão, mecanismos de fratura intergranulares associados a partículas massivas e largamente espaçadas em contorno de grão.

6. CONCLUSÕES

O trabalho permitiu um melhor entendimento sobre a evolução microestrutural e deterioração de propriedades mecânicas quando do envelhecimento por longos períodos de tempo à elevadas temperaturas de um AISI 304. As considerações finais colocadas são :

1 - A análise metalográfica confirmou a presença da fase σ e do carboneto $M_{23}C_6$, mas foi inadequada para caracterização da fase η .

2 - As fases σ , η e o carboneto $M_{23}C_6$ foram confirmadas através da difração de raios X.

3 - A extração eletrolítica de precipitados mostrou-se efetiva para a análise morfológica dos precipitados e para a eliminação da influência da austenita na difração de raios X.

4 - A deterioração de propriedades mecânicas em elevadas temperaturas quando da presença de fases intermetálicas ficou evidenciada nos testes de resistência realizados.

5 - O tratamento térmico de envelhecimento artificial mostrou-se efetivo para a precipitação somente de carbonetos e ficou totalmente de acordo com o citado na literatura como reforço por precipitação de carbonetos.

6 - Foi possível adaptar a máquina projetada para ensaios de fluência convencional para ensaios realizados mediante o uso de técnicas da mecânica da fratura.

7 - As técnicas da mecânica da fratura mostraram-se perfeitamente adaptáveis ao objetivo de caracterização de materiais em ensaios de

resistência à temperaturas elevadas quando da presença de partículas de segunda fase, as quais influenciam na resistência à fluência de materiais.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para futuros trabalhos a serem realizados são apresentados os seguintes pontos :

- Comparar os valores de área relativa de cada pico de fase componente determinado na difração de raios X, para que assim possa ser feita uma distinção sobre a qual sistema pertence a fase Sigma no aço AISI 304.
- Uso de técnicas de medidas de queda de potencial elétrico para acompanhamento do crescimento da trinca com o tempo durante o ensaio (da/dt).
- Utilização de ensaios potenciodinâmicos para determinação da influência das partículas de segunda fase na resistência à corrosão do aço AISI 304.
- Realização de ensaios com aplicação de K iniciais mais baixos, evidenciando a relação de carregamento com mecanismos de fratura.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - MIRANDA, P. E. V.; PASCUAL, R.; SILVEIRA, T. L. Propriedades Mecânicas em Altas Temperaturas. In: ENCONTRO SOBRE ANÁLISE DE COMPONENTES ESTRUTURAIS EM TEMPERATURAS ELEVADAS, 1983, Rio de Janeiro, RJ. Anais do encontro sobre análise de componentes estruturais em temperaturas elevadas. Rio de Janeiro: ACETE, 1983. 2v. v.1, p.1-127.
- 2 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials: ASTM E 399-1991.
- 3 - LIAW, P. K.; SAXENA, A. Crack propagation behaviour under creep conditions. International journal of fracture, p 329-343, 1992.
- 4 - VAINSHTOK, V. A.; BAUMSHTEIN, M. V.; MAKOVETSKAYA, I. A.; KRAMARENKO, I. V. Creep crack growth laws in heat-resisting steels. Engineering fracture mechanics, vol 40, nº 6, p. 1147-1163, 1991.
- 5 - SHIH, T. T. A simplified method for determining the low rate creep crack growth data. Fracture mechanics: Fourteen symposium, ASTM STP 791, American society for testing and materials, p. II-232 - II-247, 1983.
- 6 - SAXENA, A. Evaluation of C* for the characterization of creep crack growth behaviour in 304 stainless steel. Fracture mechanics: Twelfth conference, ASTM STP 700, American society for testing and materials, p. 131-151, 1980.
- 7 - SAXENA, A. Creep crack growth under non steady state conditions. Fracture mechanics: Seventeenth volume, ASTM STP 905, American society for testing and materials, p. 185-201, 1986.
- 8 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test practice for conducting creep, creep-rupture, and stress-rupture tests of metallic materials: ASTM E 139-1983, reapproved 1990.
- 9 - BIRD, J. E.; MUKHERJEE, A. K.; DORN, J. E. Correlations between high-temperature creep-behaviour and structure. Israel University Press, Jerusalém, p 255-342, 1962.

- 10- AJAJA, O.; ARDELL, A. J. Microstructure and transient creep in an austenitic stainless steel. Philosophical Magazine, v.39A,p 63-73, 1979.
- 11 - REED-HILL, R. F. Physical metallurgy principles. 2ed. New York: Nostrand, 1973. 776p.
- 12 - HERTZBERG, R. W. Deformation and fracture mechanics of engineering materials. 3ed. New York: Wiley, 1989.
- 13 - VAN VLACK, L. H. Elements of materials science. 1ed. Michigan: Addison, 1964. 427p.
- 14 - HERRING, C. Diffusional viscosity in a polycrystalline solid. Journal of applied physics, v.21, p.437-455, 1950.
- 15 - COBLE, R. L. A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. Journal of applied physics, v.34, p.1679-1672, 1983.
- 16 - HARPER, J. G.; DORN J. E. Viscous creep of aluminum near its melting temperature. Acta Metallurgica, v.5,p.654-665,.1957.
- 17 - WILLIAMS, J. A. Grain boundary sliding and creep fracture. Mechanics and physics of fracture, p.159-157, 1975.
- 18 - MATHEW, M. D. et al. Influence of carbon and nitrogen on the creep properties of type 316 stainless steel at 873 K. Materials science and engineering, v.148A, p.253-250, 1991.
- 19 - KONDO, Y.; MATSUO, T.; TANAKA, R. Tetsu to hagané, v.76, p.246, 1990. Citado por [16].
- 20 - GAROFALO, F. et al. Metallurgical transactions, v.230, p.146, 1964. Citado por [16] e [21].
- 21 - MATSUO, T. et al. High temperature creep resistance of austenitic heat-resisting steels. Materials science and engineering, v.146A, p.261-272, 1991.
- 22 - LI, P. E. et al. Influence of intergranular carbide density and grain size on creep of Fe-15Cr-25Ni alloys, Metallurgical transactions, v.23A, p.1379, 1992.
- 23 - CHEN, W. et al. Scripta metallurgica, v.23, p.547, 1989. Citado por [14].

- 24 - SINGH, G. et al. Metallurgical transactions, v.11A, p.539, 1980. Citado por [16].
- 25 - WEAVER, C. W. Acta metallurgica, v.8, p.434, 1960. Citado por [16].
- 26 - WEISS, B.; STICKLER, R. Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel, Metallurgical transactions, v.3, p.851, 1972.
- 27 - KAUTZ, H. R. GERLACH, H. Arch. eisenhüttenw, v.2, p.151, 1968. Citado por [21].
- 28 - KWIETNIEWSKI, C. E. Avaliação de alterações microestruturais em um aço AISI 316 que operou em elevada temperatura. Porto Alegre, 1996. 90p. Dissertação (Mestrado em Engenharia)- Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e dos Materiais da UFRGS.
- 29 - HULL, F. C. Effects of composition on embrittlement of austenitic stainless steel, Welding research supplement, 1973. Citado por [23].
- 30 - WIEGAND, H.; DORUK, M. Arch. eisenhüttenw, v.8, p.559, 1962. Citado por [21].
- 31 - BARCIK, J. The kinetics of σ phase precipitation in AISI 310 and AISI 316 steels, Metallurgical transactions, v.14A, p.635, 1983.
- 32 - CHASTELL, D. J.; FLEWITT, P. E. J. The formation of the σ phase during long term high temperature creep of type 316 austenitic stainless steel, Materials science and engineering, v.38, p.1531-162, 1979.
- 33 - MORRIS, D. The influence of σ phase on creep ductility of type 316 stainless steel, Scripta metallurgica, v.13, p.1195, 1979.
- 34 - McMAHON, C. J. On the mechanics of creep damage in type 316 stainless steel, Scripta metallurgica, v.19, p.733, 1985.
- 35 - LAI, J. K. L. A study of precipitation in AISI type 316 stainless steel, Materials science and engineering, v.58, p.195-209, 1983.
- 36 - SHYNIA, N.; TANAKA, H.; YOKOI, S. Creep fracture of types 304 and 316 stainless steel. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CREEP AND FRACTURE OF ENGINEERING MATERIALS AND STRUCTURES, 1984, Swansea. Proceedings of 2nd. international conference on creep and

fracture of engineering materials and structures. Swansea: National Research Institute for Metals, 1984.p.739.

37 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Test method for microetching metals and alloys: ASTM E 407-1989.

38 - PADILHA, A. F.; AMBROZIO, F. . Técnicas de análise microestrutural. 1ed. São Paulo: Hemus, 1985.

39 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test method for measurement of creep crack growth rates in metals: ASTM E 1457-1992.